

Методи біотехнологічних досліджень.

Частина 2

Курс лекцій

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
МИКОЛАЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ АГРАРНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Факультет технології виробництва і переробки продукції тваринництва,
стандартизації та біотехнології

Методи біотехнологічних досліджень.

Частина 2

Курс лекцій

для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти
ОПП «Біотехнології та біоінженерія» спеціальності 162 «Біотехнології та
біоінженерія» денної форми здобуття вищої освіти

Миколаїв

2023

УДК 60-047.37
М54

Рекомендовано до друку рішенням науково-методичної комісії факультету технології виробництва і переробки продукції тваринництва, стандартизації та біотехнології Миколаївського національного аграрного університету від 21.11.2023 р., протокол № 4.

Укладач:

Є. В. Баркарь – канд. с.-г наук, доцент, доцент кафедри біотехнології та біоінженерії, Миколаївський національний аграрний університет.

Рецензенти:

Л. В. Вахоніна – канд. фіз.-мат. наук, доцент, доцент кафедри електроенергетики, електротехніки та електромеханіки, Миколаївський національний аграрний університет;

О. І. Юлевич – канд. техн. наук, доцент, доцент кафедри біотехнології та біоінженерії, Миколаївський національний аграрний університет.

М-54 **Методи** біотехнологічних досліджень. Частина 2 : курс лекцій для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти ОПП «Біотехнології та біоінженерія» спеціальності 162 «Біотехнології та біоінженерія» денної форми здобуття вищої освіти / уклад. Є. В. Баркарь. Миколаїв : МНАУ, 2023. 50 с.

У курсі лекцій викладено зміст питань щодо основ академічного письма та добросовісності, використання електрохімічних методів досліджень та спектроскопії в біотехнології, контролю якості біотехнологічної продукції та її організації на підприємстві. Вивчення здобувачами вищої освіти дисципліни є складовою підготовки фахівця ступеня «бакалавр» галузі знань 16 «Хімічна інженерія та біоінженерія» спеціальності 162 «Біотехнології та біоінженерія».

УДК 60-047.37

ЗМІСТ

Лекція №9	
Основи академічного письма та доброчесності	5
Лекція №10	
Електрохімічні методи досліджень	15
Лекція №11-12	
Спектроскопія	21
Лекція №13	
Контроль якості біотехнологічної продукції	36
Лекція №14	
Організація контролю якості біотехнологічної продукції на підприємстві	45
Список джерел літератури	48

Лекція №9

ОСНОВИ АКАДЕМІЧНОГО ПИСЬМА ТА ДОБРОЧЕСНОСТІ

Питання:

1. Формування академічної культури
2. Основи академічного письма
3. Академічна доброчесність
4. Основні положення кодексу академічної доброчесності у Миколаївському національному аграрному університеті

1. Формування академічної культури

В умовах реформування системи вищої освіти України питання підвищення її якості є одним з першочергових. Адже від того, наскільки якісною є освіта, залежить конкурентоздатність вітчизняних закладів вищої освіти, обсяг фінансових надходжень, визнання дипломів українських університетів на європейському та світовому рівнях, підвищення конкурентоспроможності випускників закладів вищої освіти тощо. Модернізація вітчизняних закладів вищої освіти впливає на академічну культуру, яка є показником якості та індикатором стану вищої освіти в Україні.

Академічна культура є поняттям, що характеризує систему цінностей, традицій і морально-етичних норм поведінки, які функціонують у науково-дослідницькому закладі або в закладі вищої освіти.

Поняття «академічна культура» українські вчені пов'язують із культурою навчання в університеті, цінностями, традиціями, нормами, правилами проведення наукових досліджень; науковою мовною культурою, культурою високої духовності і моралі, культурою спілкування наукових наставників та студентів, культурою наукової праці і соціальної, моральної відповідальності за результати дослідження, культурою толерантності і педагогічного оптимізму, що формується в культурно-освітньому просторі закладів вищої освіти.

Формування академічної культури студентів можливе за такої організації їхньої пізнавальної діяльності, за якої навчальний матеріал стає предметом активних розумових і практичних дій кожного з них.

Академічна культура закріплює традиції і норми проведення наукового дослідження і фіксації його результатів (виявлення проблеми, висування гіпотези, проведення дослідження, аналіз отриманих даних, підтвердження або спростування гіпотези).

Незважаючи на вагомий науковий результати досліджень у різних галузях, поза увагою дослідників залишилася проблема аналізу академічної культури студентів у процесі здійснення дослідницької діяльності.

Дослідницьке навчання є індивідуальною освітньою траєкторією входження особистості студента до соціокультурного простору. Воно зосереджує увагу на формуванні у здобувачів вищої освіти потреби в реалізації пізнавальної активності, вмінь користуватися дослідницькими методами пізнання для розв'язання навчальних та життєвих завдань. Цей освітній

результат є особливим стилем життя, при якому пошукова активність займає одне з провідних місць.

Дослідницька діяльність спрямована на активізацію особистісної позиції студента в освітньому процесі на основі засвоєння суб'єктивно нових знань, формування дослідницьких умінь як універсального способу освоєння дійсності, розвиток здатності до дослідницького типу мислення.

Сучасне розуміння цінностей академічної культури було сформульоване в Бухарестській декларації етичних цінностей і принципів вищої освіти в Європі, де наголошено, що ключовими цінностями сумлінної академічної спільноти є чесність, довіра, прямота, повага, відповідальність і підзвітність. До основних цінностей європейської академічної культури зараховують:

- інтелектуальну свободу та соціальну відповідальність;
- моральну відповідальність самостійних дослідників і вчених не тільки за процес досліджень (вибір теми, методи і сумлінність), але і за їхні результати;
- прагнення окремих наукових співтовариств до співпраці у світовому масштабі;
- право вчених на свободу вираження поглядів про наукові та етичні аспекти дослідних проєктів і їхні результати; усуватися від участі в проєктах, які суперечать їхнім переконанням і совісті;
- самоцінність інтелектуальної роботи незалежно від того, коли буде отримано результат.

До сфери академічної культури належать такі складові:

- академічна діяльність – навчальна (читання лекцій, організація самостійної роботи студентів, керівництво науковою роботою студентів, методична робота викладачів) та наукова (теоретичні дослідження, архівна робота, лабораторні досліди та експерименти, опитування, польові дослідження, експедиції тощо);
- академічні інститути (університет, наукове товариство, бібліотеки й архіви, фонди, лабораторії, віртуальні науково-освітні портали тощо);
- академічне письмо (написання публіцистичних, популярних, наукових, методичних, кваліфікаційних текстів у формі статті, есе, доповіді на конференції, кваліфікаційної випускової роботи, монографії, наукового перекладу тощо);
- академічна інформатика, що передбачає сформованість бібліографічної компетентності, використання каталогів, баз даних, індексів наукового цитування, віртуальних джерел і бібліотек тощо;
- академічна комунікація – конференційна діяльність, академічна риторика, професійна етика автора, викладача, академічне право, науково-кваліфікаційні заходи (захисти кваліфікаційних випускових робіт, презентації книг тощо);
- академічна мобільність викладачів і студентів;
- академічний менеджмент – управління та організація академічних інститутів та проєктів, академічний фандрайзинг, написання грантових проєктів;

– підвищення кваліфікації та академічного статусу (неформальна та інформальна освіта).

Таким чином, у широкому розумінні академічна культура поєднує науку, культуру та знання, механізми її виникнення визначаються конкретною історичною та соціокультурною ситуацією на певному етапі розвитку суспільства.

Отже, академічна культура є обов'язковим компонентом корпоративної культури університету, що базується на педагогічних цінностях, без якої не може існувати конкурентоспроможна освітня установа.

2. Основи академічного письма

Основою академічного письма є металінгвістичні вміння і навички, тобто вміння читати і розуміти текст, аналізувати його, читати написане критично, формулювати індивідуальну, авторську і конкретну позицію тощо. Академічне письмо має справу з теоріями і причинами, що регулюють процеси і практику в повсякденному житті, а також досліджує альтернативні пояснення цих подій.

Для культури наукової мови характерним є дотримання правил і норм літературної мови, відповідно до наукового стилю. Лише у межах академічного письма можливий дискурс, пошук найбільш влучної конструкції для передачі авторської ідеї. Таким чином, академічне письмо має на меті навчити висловлювати та обґрунтовувати свої власні ідеї за допомогою короткого, переконливого і зручно організованого наукового тексту.

Західні фахівці виділяють три підгрупи вмінь, необхідних для успішного оволодіння навичками академічного письма:

- ✓ академічна грамотність (читання, усна і письмова мова з урахуванням мети висловлювання; вираження думок за допомогою інструментарію дискусій і досліджень);
- ✓ інформаційна грамотність (визначення інформаційних потреб і пошук джерел інформації; їх оцінка і переробка);
- ✓ міжкультурна грамотність (знання про різні культури, зокрема про традиції і цінності).

Одним із найважливіших вмінь при створенні академічного тексту є оволодіння академічною грамотністю, що становить складний і комплексний процес формування певних навичок на різних етапах освіти.

Створенню і трансляванню тексту передують читання академічного тексту, здобуття інформації. Для професійного саморозвитку важлива передусім культура читання наукового тексту. Це одна з функцій пізнавальної діяльності людини, спрямована на вилучення наукової інформації із друкованих чи електронних джерел. Формуючи програму читання наукового тексту, варто поставити собі такі запитання: чого я очікую від цього тексту, яку інформацію хочу вилучити і з якою метою, відповідно обрати різновид читання.

Переглядове читання спрямовується на попереднє ознайомлення із книгою і виділення ключових слів, зокрема, в анотації, змісті, передмові/вступі, окремих частинах тексту.

Ознайомлювальне читання передбачає загальне ознайомлення із змістом тексту та вияв його основної ідеї.

Поглиблене читання – це детальне опрацювання наукового тексту, його аналіз та оцінка: виписування понять з їх поясненням; неодноразове перечитування окремих частин у тексті.

Аналітико–критичне, творче читання спрямовується на постановку різного типу питань до тексту, сортування наукового матеріалу під певним кутом зору, коментарі до фрагментів наукового тексту, його рецензування.

3. Академічна доброчесність

Академічна доброчесність – це моральний кодекс та етичні правила цивілізованого наукового та освітнього співтовариства. Поняття академічної доброчесності включає в себе такі цінності, як запобігання шахрайству, фальшуванню та плагіату; підтримка академічних стандартів; чесність і ретельність у дослідженнях та науковому видавництві.

Поняття академічної доброчесності реалізується в умовах академічної спільноти й перебуває в тісних зв'язках із поняттям академічної культури.

Загальноприйнятий декларативний перелік фундаментальних цінностей академічної доброчесності був розроблений Офісом внутрішніх відносин Октонського коледжу, Дес-Плейнс, у Іллінойсі для Центру академічної доброчесності (нині він перейменований на Міжнародний центр академічної доброчесності). До цього переліку належать такі якості: чесність, довіра, справедливість, повага, відповідальність, відвага.

Чесність реалізується у сферах навчання, викладання, наукових досліджень, а також при наданні різного характеру послуг за дорученнями керівництва навчальних і наукових установ.

Довіра сприяє підтриманню й заохоченню вільного обміну ідеями, які допомагають якнайповнішій реалізації наукових пошуків. Довіра сприяє формуванню психологічного клімату, який уможливорює такий вільний обмін.

Справедливість у взаєминах студентів, викладачів та адміністрації освітніх закладів здобуває вияв у встановленні академічними спільнотами прозорих і чітких очікувань, практик і стандартів щодо навчальної діяльності.

Повага є невід'ємною складовою взаємин на основі взаємодії суб'єктів із незалежними думками й точками зору на процеси і явища довкілля. Тому академічними спільнотами цінується інтерактивність, здатність до кооперування і взаємодії в процесі навчання і пізнання.

Особиста відповідальність суб'єктів – членів академічної спільноти – сприяє підтриманню спільно сформованих стандартів і формуванню спільної політики реагування у випадку їх порушення.

Відвага потрібна у ситуації відстоювання доброчесних цінностей у ситуації загрози. Здатність кожного члена академічної спільноти проявляти рішучість, мужність і цілеспрямованість у боротьбі проти порушень вимог і стандартів академічної доброчесності є запорукою доброчесного функціонування всієї системи.

Усі наведені цінності реалізуються при укладанні кодексів академічної доброчесності у світовій практиці й аналогічних за змістом документів у закладах вищої освіти України.

Одним із ключових законів, у якому закладено правові основи реалізації поняття академічної доброчесності, є Закон України «Про освіту» (прийнятий 05.09.2017 року, набув чинності 28.09.2017 року). Він «регулює суспільні відносини, що виникають у процесі реалізації конституційного права людини на освіту, прав та обов'язків фізичних і юридичних осіб, які беруть участь у реалізації цього права, а також визначає компетенцію державних органів та органів місцевого самоврядування у сфері освіти».

Стаття 42 цього закону присвячена академічній доброчесності.

«3. Дотримання академічної доброчесності здобувачами освіти передбачає:

- самостійне виконання навчальних завдань, завдань поточного та підсумкового контролю результатів навчання (для осіб з особливими освітніми потребами ця вимога застосовується з урахуванням їхніх індивідуальних потреб і можливостей);

- посилення на джерела інформації у разі використання ідей, розробок, тверджень, відомостей;

- дотримання норм законодавства про авторське право і суміжні права;

- надання достовірної інформації про результати власної навчальної (наукової, творчої) діяльності, використані методики досліджень і джерела інформації».

Передбачено у 42-й статті закону «Про освіту» й відповідальність за недотримання норм закону.

«6. За порушення академічної доброчесності здобувачі освіти можуть бути притягнені до такої академічної відповідальності:

- повторне проходження оцінювання (контрольна робота, іспит, залік тощо);

- повторне проходження відповідного освітнього компонента освітньої програми;

- відрахування із закладу освіти (крім осіб, які здобувають загальну середню освіту);

- позбавлення академічної стипендії;

- позбавлення наданих закладом освіти пільг з оплати навчання».

Аспекти недоброчесності, пов'язані з проблемою плагіювання наукових текстів, регламентуються нормами Закону України «Про авторське право і суміжні права» від 01.12.2022 № 2811-IX.

Крім того, нормативною основою доброчесної поведінки академічної спільноти кожного окремого закладу вищої освіти є внутрішні документи, колегіально затверджені в цьому закладі, зокрема, кодекси честі (кодекси академічної доброчесності) ЗВО або положення про дотримання принципів академічної доброчесності відповідного ЗВО.

Існує багато класифікацій академічної нечесності в освіті.

Найуніверсальнішу класифікацію подано в Законі України «Про освіту»

(стаття 42, частина 4).

Різновиди порушень:

- Академічний плагіат
- Самоплагіат
- Фабрикація
- Фальсифікація
- Списування
- Обман
- Хабарництво
- Необ'єктивне оцінювання

• Надання здобувачам освіти під час проходження ними оцінювання результатів навчання допомоги чи створення перешкод, не передбачених умовами та/або процедурами проходження такого оцінювання;

• Вплив у будь-якій формі (прохання, умовляння, вказівка, погроза, примушування тощо) на педагогічного (науково-педагогічного) працівника з метою здійснення ним необ'єктивного оцінювання результатів навчання.

Формами обману також бувають:

- імітація освітньої та наукової діяльності;
- неправдиве співавторство:
 - приписування співавторства особам, які не брали кваліфікованої участі у дослідженні та підготовці публікації;
 - невключення до співавторів осіб, які брали активну кваліфіковану участь у дослідженні та підготовці публікації, зокрема у постановці цілей та завдань роботи, формулюванні її висновків, розробці алгоритмів, аналізі результатів експериментів та розрахунків, написанні тексту тощо;
- свідоме викривлення посилань на джерела, свідоме викривлення інформації, що міститься у джерелах, на які зроблені посилання (в деяких випадках це може також бути академічним плагіатом);
- проходження процедур контролю та оцінювання результатів навчання підставними особами;
- продаж, поширення, постинг або публікація курсів лекцій, роздаткових матеріалів, записів або іншої інформації, наданої викладачем, а також використання їх для будь-яких комерційних цілей без письмового дозволу викладача.

У Листі Міністерства освіти і науки України від 23.10.2018 р. № 1/9-650 керівникам закладів вищої освіти «Щодо рекомендацій з академічної доброчесності для закладів вищої освіти» наведено перелік форм обману: академічний плагіат, самоплагіат, фабрикація, фальсифікація та списування.

Крім зазначених вище формами обману також є:

- симуляція погіршення стану здоров'я, хвороби з метою уникнення контрольних заходів;
- отримання копії екзаменаційних білетів, питань чи завдань раніше, ніж буде дозволено викладачем;
- недозволене співробітництво, зокрема при виконанні студентських

проектів, що подаються як результати самостійної роботи; використання недозволеної допомоги під час виконання індивідуальних та контрольних завдань;

- повторне подання здобувачами освіти письмових робіт, які вже подавалися як звітність з інших дисциплін, без дозволу викладача (іноді це розглядають як різновид самоплагіату);

- підробка підписів в офіційних документах (залікових книжках, актах, звітах, угодах тощо);

- надання відгуків або рецензій на наукові або навчальні роботи без належного проведення їх експертизи;

- надання закладом вищої освіти або його співробітниками недостовірної інформації про заклад, його освітні програми, систему оцінювання, результати навчання, конкурси тощо;

- неправдиві повідомлення здобувачів освіти про події, які вимагають припинення освітнього процесу, перенесення контрольних заходів тощо (техногенні аварії, стихійні лиха, загроза вибуху тощо);

- інше.

Фабрикація – це вигадкування даних чи фактів, що використовуються в освітньому процесі чи наукових дослідженнях.

Фальсифікація – це свідомо зміна чи модифікація вже наявних даних, що стосуються освітнього процесу чи наукових досліджень.

Хабарництво – надання (отримання) учасником освітнього процесу чи пропозиція щодо надання (отримання) коштів, майна, послуг, пільг чи будь-яких інших благ матеріального або нематеріального характеру з метою отримання неправомірної переваги в освітньому процесі.

За визначенням статті 53 Закону України «Про авторське право та суміжні права», «плагіат – це опублікування твору або його частини у незмінному або видозміненому вигляді, включаючи опублікування перекладу іншомовного твору або його частини, під іменем особи, яка не є автором цього твору».

Академічний плагіат (згідно з ч. 4 ст. 42 Закону України «Про освіту») – це «оприлюднення (частково або повністю) наукових (творчих) результатів, отриманих іншими особами, як результатів власного дослідження (творчості), та/або відтворення опублікованих текстів (оприлюднених творів мистецтва) інших авторів без зазначення авторства».

Вирізняють такі основні різновиди академічного плагіату:

- дослівне запозичення текстових фрагментів без оформлення їх як цитат з посиланням на джерело (в окремих випадках некоректним вважають навіть використання одного слова без посилання на джерело, якщо це слово використовують в унікальному значенні, наданому цим джерелом);

- використання інформації (факти, ідеї, формули, числові значення тощо) з джерела без посилання на це джерело;

- перефразування тексту джерела у формі, що є близькою до оригінального тексту, або наведення узагальнення ідей, інтерпретацій чи висновків з певного джерела без посилання на це джерело;

- подання як власних робіт (дисертацій, монографій, навчальних

посібників, статей, тез, звітів, контрольних, розрахункових, курсових, дипломних та магістерських робіт, есеїв, рефератів тощо), виконаних на замовлення іншими особами, у тому числі робіт, стосовно яких справжні автори надали згоду на таке використання.

Академічний плагіат треба відрізнити від помилок цитування. Найбільш типовими помилками цитування є:

- відсутність лапок при використанні текстових фрагментів, що запозичені з інших джерел, за наявності коректного посилання на це джерело.
- посилання на інше джерело;
- неправильне оформлення посилання, що ускладнює пошук джерела.

У студентських роботах найчастіше трапляються такі помилки цитування, як неправильне оформлення цитат, помилки у вихідних даних цитованих праць, у прізвищах авторів. Також у наукових роботах студентів (кваліфікаційній роботі магістра, статтях тощо) трапляється компілювання чужих текстів із замалою питомою часткою власного аналізу наукових концепцій і результатів досліджень, некоректне називання авторів та авторських колективів, на праці яких студент посилається. Досить поширеною помилкою є посилання не на першоджерело певної наукової ідеї або концепції, а на праці дослідників, які ретранслюють це першоджерело, без вказівки на справжнього автора.

Відповідно до ч. 4 статті 42 Закону України «Про освіту», самоплагіат – це «оприлюднення (частково або повністю) власних раніше опублікованих наукових результатів як нових наукових результатів».

У Листі Міністерства освіти і науки «Щодо рекомендацій з академічної доброчесності для закладів вищої освіти» № 1/9-650 подається такий перелік типових прикладів самоплагіату:

- дуплікація публікацій – публікація однієї і тієї самої наукової роботи (цілком або з несуттєвими змінами) в декількох виданнях, а також повторна публікація (цілком або з несуттєвими змінами) раніше оприлюднених статей, монографій, інших наукових робіт, як нових наукових робіт;
- дублювання наукових результатів – публікація одних і тих самих наукових результатів, в різних статтях, монографіях, інших наукових працях, як нових результатів, які публікуються вперше;
- подання у звітах з виконання наукових проектів результатів, що містилися у попередніх роботах, як отриманих при виконанні відповідного проекту;
- агрегування чи доповнення даних – суміщення старих і нових даних без їх чіткої ідентифікації з відповідними посиланнями на попередні публікації;
- дезагрегування даних – публікація частини раніше опублікованих даних без посилання на попередню публікацію;
- повторний аналіз раніше опублікованих даних без посилання на попередню публікацію цих даних та раніше виконаного їх аналізу.

Самоплагіат є шкідливою практикою, адже за його допомогою, по-перше, викривлюються наукометричні показники окремих авторів і колективів (безпідставно роздувається кількість публікацій), а по-друге, вводяться в оману

й дезорієнтуються читачі тиражованих наукових текстів, адже обов'язковими вимогами до наукового дослідження є його новизна й оригінальність.

Досліджуючи проблему самоплагиату, Крістіан Коллберг і Стівен Кобуров виокремили такі його різновиди:

- текстуальний, що виражається у повторах цілісних фрагментів тексту;
- семантичний, який реалізується у переказі ідентичних за змістом ідей;
- кричущий, який навіть не збираються приховувати, наприклад, здаючи в друк уже опубліковану раніше статтю, без змін, з тією самою назвою;
- вибіркового, за якого оприлюднюють ті фрагменти свої ж раніше опублікованих робіт, які стосуються якоїсь вузької теми;
- неумисний, здійснюваний без спеціального наміру, наприклад, через наближеність тематики старої публікації з актуальним матеріалом;
- прихований, який намагаються закамуювати;
- пропагандистські повтори, уживані у випадку обстоювання своєї концепції, як реакція на критику;
- повторний ужиток через проблеми з пам'яттю.

4. Основні положення кодексу академічної доброчесності у Миколаївському національному аграрному університеті

Кодекс академічної доброчесності у Миколаївському національному аграрному університеті розглянуто та ухвалено вченою радою МНАУ від 27 листопада 2018 р., протокол №3, затверджено наказом ректора від 28.11.2018 р., № 233-О.

Кодекс включає наступні розділи: 1. Загальні положення; 2. Визначення понять; 3. Академічна доброчесність; 4. Види порушень та відповідальність за порушення норм академічної доброчесності. 5. Прикінцеві положення.

Кодекс академічної доброчесності Миколаївського національного аграрного університету розроблено згідно з нормами загальнолюдських та європейських цінностей, Конституції України, Законів України «Про освіту», «Про вищу освіту», «Про наукову і науково-технічну діяльність», «Про авторське право і суміжні права», «Про видавничу справу», «Про запобігання корупції», Цивільного Кодексу України, Етичного кодексу Вченого України, Статуту Миколаївського національного аграрного університету, Правил внутрішнього трудового розпорядку, Положення «Про освітній процес у Миколаївському національному аграрному університеті», а також з використанням досвіду провідних зарубіжних і вітчизняних закладів вищої освіти і рекомендацій SAIUP-Проекту сприяння академічній доброчесності в Україні, що реалізується Американськими радами за підтримки посольства США в Україні спільно з Міністерством освіти і науки України.

Кодекс академічної доброчесності визначає правила та норми академічної доброчесності, етичної поведінки, професійного спілкування працівників та осіб, що навчаються у Миколаївському національному аграрному університеті.

Кодекс академічної доброчесності спрямований на дотримання високих професійних стандартів в усіх сферах діяльності Університету, зокрема

освітній, науковій, виховній, управлінській, а також на підтримку сприятливого морально-психологічного клімату у колективі.

Лекція №10

ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Питання:

1. Електрохімічна система
2. Основні електрохімічні методи досліджень в біотехнології

1. Електрохімічна система

Електрохімічні методи аналізу засновані на використанні електрохімічних властивостей аналізованих речовин, тобто на використанні електрохімічних процесів, що відбуваються всередині електролітичної комірки (являє собою електрохімічну систему, що складається з електродів, поміщених у розчин електролітів) і, залежно від процесів, що відбуваються в ній, може бути або електрохімічною ванною або гальванічним елементом.

В основі електрохімічних методів аналізу лежить дослідження процесів, що протікають в електролітах або на поверхні занурених у них електродів. Ці процеси можуть надавати інформацію про швидкість хімічних реакцій, природу сполук, що беруть участь в цих реакціях, термодинаміку процесів.

Електрохімічною ванною називається система, у якій за рахунок прикладеного ззовні електричного струму відбуваються хімічні перетворення речовин на електродах. В електрохімічній ванні проводиться процес електролізу. Отже, електролізом називаються хімічні перетворення речовин під дією електричного струму. Для процесу електролізу необхідно, щоб на електродах ванни були досягнуті потенціали розряду (виділення) іонів, що перебувають у розчині електроліту. Тоді на катоді ванни будуть проходити процеси відновлення, а на аноді – процеси окиснення. На принципах електролізу базуються вольтамперометрія, кулонометрія та електрогравіметрія, електроліз не використовують у потенціометрії та кондуктометрії.

Основні закони електролізу, встановлені Фарадеєм:

1. Кількість перетвореної (відновленої або окисненої) у процесі електролізу речовини прямо пропорційна кількості електричного струму.
2. Маса різних речовин, виділених або розчинених при проходженні однакової кількості струму, пропорційні їх електрохімічним еквівалентам.

Електрохімічний еквівалент – це маса речовини, що виділилася на електроді (або розчинилася з електроду) в процесі електролізу при протіканні одиниці кількості електричного струму, тобто 1 кулона.

У електролітичній комірці, що є електрохімічною ванною, проходження електричного струму забезпечується двома видами електропровідності:

- металевую провідністю провідників першого роду (платина, срібло, мідь, алюміній і т.п.), у яких електричний струм являє собою потік електронів, що переміщуються від негативного полюса до позитивного;
- електролітичною провідністю провідників другого роду (розчину електролітів), коли електричний струм проходить через розчин електроліту за рахунок руху іонів, що перебувають у ньому.

Через межу розділу фаз «метал – розчин електроліту» електричний струм проходить за рахунок електродних реакцій на катоді й аноді.

Аналогічна картина проходження електричного струму спостерігається і у гальванічному елементі. Необхідно відзначити, що гальванічний елемент є системою, яка протилежна електрохімічній ванні. Отже, гальванічним елементом називається система, що складається з провідників I і II роду, які знаходяться у контакті один з одним і у якій, за рахунок хімічних перетворень речовин на електродах електролітичної комірки у зовнішньому ланцюзі виникає електричний струм.

Механізм протікання струму обумовлений рухом вільних електронів, тому метали називаються провідниками першого роду. Провідниками другого роду (електролітами) є розчини солей, кислот і лугів. Всі гази і пари, в тому числі пари металів при низькій напруженості не є провідниками.

Електричні параметри електролітичної комірки (сила струму, напруга, опір і т.п.) можуть слугувати аналітичними сигналами при проведенні аналізів, якщо ці сигнали вимірюються з достатньою точністю. Тому електрохімічні методи аналізу засновані на використанні залежності електричних параметрів комірки від концентрації, природи і структури речовини, що бере участь в електродній реакції або в електрохімічному процесі перенесення електричних зарядів між електродами.

2. Основні електрохімічні методи досліджень в біотехнології

Електрогравіметрія – електрохімічний метод кількісного аналізу, заснований на визначенні збільшення маси робочого електрода внаслідок виділення на ньому досліджуваного компонента в результаті електролізу. Як правило, досліджувану речовину осаджують у вигляді металу (або оксиду) на попередньо зважений платиновий катод (або анод). Момент завершення електролізу встановлюють за допомогою специфічної чутливої якісної реакції на цей іон. Робочий електрод промивають, висушують і зважують. За різницею мас електрода до і після електролізу визначають масу металу або оксиду.

Електроліз можна проводити при постійній напрузі між електродами, при постійній силі струму або при контрольованому потенціалі робочого електрода.

У випадку електрогравіметрії при постійній напрузі відбувається зсув потенціалу робочого електрода у бік більш від'ємних величин за рахунок поляризації. Цей варіант електрогравіметрії застосовують для визначення відновлюваних речовин у присутності домішок, що відновлюються складніше, ніж іони H^+ .

Якщо проводити електроліз при постійній силі струму, необхідно періодично збільшувати зовнішню напругу, яка накладається на комірку, щоб компенсувати зменшення струму, що викликається концентраційною поляризацією. Внаслідок цього аналіз стає менш селективним.

Значно більш висока селективність досягається у випадку проведення електролізу при контрольованому потенціалі робочого електрода. Звичайно потенціал робочого електрода вимірюють щодо третього електрода з відомим і

постійним потенціалом, тобто електроду порівняння (насиченого каломельного або хлорсрібного).

Виділений на електроді осад повинен добре прилипати до нього, бути щільним і гладким для уникнення механічних втрат при промиванні, висушуванні та зважуванні.

Вольтамперометрія – це сукупність електрохімічних методів дослідження та аналізу, заснованих на вивченні залежності сили струму в електролітичній комірці від потенціалу зануреного в аналізований розчин індикаторного мікроелектрода, на якому реагує досліджувана електрохімічно активна речовина. Використовують два електроди: робочий поляризований електрод з малою поверхнею і неполяризований – індикаторний мікроелектрод (стаціонарний або обертовий), виготовлений з ртуті, срібла, золота, платини, вуглецевих матеріалів (наприклад, графіт), а також крапельні електроди з ртуті, амальгам галію). Останні являють собою капіляри, з яких по краплях витікає рідкий метал.

Вольтамперометрія заснована на електродних реакціях, що протікають за рахунок прикладеного ззовні постійного електричного струму. В цьому методі використовується явище поляризації мікроелектрода, одержання та обробка вольтамперних (поляризаційних) кривих, що відображають залежність сили струму від прикладеної напруги. Аналітичним сигналом для кількісного аналізу в даному методі є сила струму, яка залежить від концентрації розчину електроліту.

Вольтамперометричний аналіз проводиться в електролітичній комірці полярографа, яка складається зі скляної посудини ємністю від 1 до 50 мл із зануреними в неї робочим і допоміжним електродами. Залежно від типу індикаторного електроду вольтамперометричні методи прийнято ділити на полярографію і, власне вольтамперометрію.

Якщо мікроелектродом є ртутна крапля – полярографічний метод; якщо метал (Pt, Au, Ag, Fe і т.п., а також графіт спеціальної обробки) – вольтамперометрія. У якості допоміжного електрода використовують шар ртуті з великою поверхнею або електроди порівняння (каломельний, хлорсрібний і т.п.). Електродами порівняння слугують звичайно електроди другого роду, наприклад каломельний або хлорсрібний. Для одержання вольтамперограми або полярографічної хвилі вимірюють силу струму, що проходить через комірку, і будують криву залежності сили струму від потенціалу.

Відомі різні способи вольтамперометричного аналізу, засновані на одержанні та вимірюванні параметрів динамічної вольтамперної залежності (вольтамперограми).

Різницевий метод, заснований на вимірюванні різниці струмів двох комірок, в одній з яких знаходиться розчин, що не містить аналізованих компонентів.

Метод циклічної вольтамперометрії використовує лінійно мінливу поляризовуючу напругу, яка завдяки ряду переваг (простоті реалізації, високій експресності та інформативності) широко застосовується для експрес-аналізу сполук речовин.

Вольтамперометрію застосовують:

- для кількісного аналізу неорганічних і органічних речовин у дуже широкому інтервалі вмісту – від 10⁻¹⁰ % до десятків %;
- для дослідження кінетики та механізму електродних процесів, включаючи стадію переносу електрона у хімічній реакції і т.п.;
- для вивчення будови подвійного електричного шару, рівноваги комплексоутворення в розчині та ін.

Аналізатори вольтамперометричні (полярографи) призначені для вимірювання масової концентрації елементів, аніонів і катіонів у воді, харчових продуктах, продовольчій сировині, напоях, біологічних об'єктах та інших матеріалах методом інверсійної вольтамперометрії відповідно до стандартизованих і атестованих методик аналізу.

Вольтамперометричними методами можна визначити домішки: ртуті (Hg), миш'яку (As), цинку (Zn), кадмію (Cd), свинцю (Pb), міді (Cu), заліза (Fe), селену (Se), сурми (Sb), олова (Sn), вісмуту (Bi), марганцю (Mn), кобальту (Co), нікелю (Ni), золота (Au), йоду (I), срібла (Ag).

В основі кулонометричних методів лежать закони електролізу Фарадея. Розрізняють два основні види кулонометричних визначень – пряму кулонометрію і кулонометричне титрування. У методах прямої кулонометрії аналізована речовина зазнає електрохімічних перетворень безпосередньо в кулонометричній комірці. У методі кулонометричного титрування електролізу піддається допоміжна речовина, а далі продукт електролізу – титрант – реагує з досліджуваною речовиною. Кулонометричні визначення можуть проводитися при постійному потенціалі (потенціостатична кулонометрія) і постійній силі струму (амперостатична кулонометрія). У прямій кулонометрії широко застосовують потенціостатичні методи. У методі кулонометричного титрування використовують установки з постійною силою струму. Вміст досліджуваної речовини розраховують за кількістю електричного струму, витраченого на генерацію необхідного для реакції з аналізованою речовиною кількості титранта.

Кулонометричне титрування відрізняється більшою чутливістю, порівняно з іншими відомими титриметричними методами, і має ряд переваг:

- можливість визначення різних речовин у широкому діапазоні концентрацій;
- високою точністю і відтворюваністю;
- високою чутливістю (можна визначити 10⁻¹⁰ моль речовини);
- можливістю селективного визначення речовин у їх суміші.

Потенціометрія – це вимірювання електродних потенціалів, які залежать від активності іонів, а в розведених розчинах – від їх концентрації.

Основним завданням при потенціометричному титруванні є виявлення стрибка потенціалу, що відповідає кінцевій точці титрування, і знаходження еквівалентної точки.

Величина потенціалу електрода, зануреного в досліджуваний розчин, пропорційна концентрації досліджуваних іонів у розчині. Електрод, за потенціалом якого судять про концентрацію досліджуваних іонів у розчині,

називають індикаторним електродом. Потенціал індикаторного електрода визначають, порівнюючи його з постійною величиною потенціалу електрода порівняння. Звичайно в якості електрода порівняння застосовують нормальний водневий електрод або каломельний електрод. Аналітичним сигналом даного методу аналізу є зміна електродного потенціалу в процесі титрування.

Потенціометричне титрування можна успішно використовувати для титрування забарвлених і мутних розчинів, слабких кислот і основ, сумішей кислот або основ, сумішей окиснювачів або відновників у неводних середовищах, для визначення рН досліджуваних розчинів і т.д.

Кондуктометрія – це поєднання електрохімічних методів дослідження та аналізу речовин, що ґрунтуються на вимірюванні електричної провідності розчинів електролітів, яка пропорційна їх концентрації. Аналітична кондуктометрія поєднує прямі та опосередковані методи, кондуктометричне титрування.

Електрична провідність розведених розчинів пропорційна концентрації електролітів. Тому, визначивши електричну провідність та порівнявши отримане значення зі значенням на калібрувальному графіку, можна знайти концентрацію електроліту в розчині. Методом кондуктометрії, наприклад, визначають загальний вміст домішок у воді високої чистоти.

Прямі методи використовують у тих випадках, коли концентрація речовини, що аналізується у розчині, лінійно пов'язана з електричною провідністю розчину, а концентрації інших компонентів постійні. На методі прямої кондуктометрії базуються конструкції солемірів та інших кондуктометричних приладів, які дозволяють визначати різні солі в мінеральній, річковій та морській воді, фізіологічних розчинах. Пряму кондуктометрію використовують для контролю регенерації іонітів, очищення води, промивання осадів, для визначення чистоти органічних розчинників, газів, твердих солей тощо.

В опосередкованих методах, які дозволяють досліджувати суміші електролітів, кондуктометрію поєднують з іншими фізико-хімічними методами аналізу, що ґрунтуються, наприклад, на вимірюванні рефракції, рН, в'язкості, густини. Сукупність усіх експериментальних величин дає можливість визначати кількісний склад суміші.

Переваги кондуктометрії: висока чутливість, простота методик, доступність апаратури, можливість аналізувати забарвлені та мутні розчини, а також автоматизація аналізу.

Поляррографія – це метод аналізу, заснований на вимірюванні сили струму, що виникає при електровідновленні або електроокисненні досліджуваної речовини на мікроелектроді.

Поляррографією називається електрохімічний аналіз речовин у розчинах або розплавах з використанням явища поляризації, найчастіше ртутного крапельного електрода.

Поляррографічний метод має високу чутливість, що дозволяє проводити визначення дуже малих кількостей досліджуваної речовини. Поляррографія дозволяє одночасно проводити визначення кількох речовин без їх попереднього

розділення. Тривалість визначення звичайно не перевищує декількох хвилин.

Прилади для полярографічного аналізу називаються полярографами. Сучасні полярографи – складні прилади, що реєструють, забезпечують високу точність визначень (похибка 1 – 2%). Графік залежності сили струму від потенціалу електрода, що крапає, називається полярограмою.

За допомогою полярографічного методу визначають багато неорганічних катіонів (наприклад, металів), аніонів (йодат-, бромат-, нітрат-, перманганат-іони) і молекул (кисень, двоокис сірки, окис азоту, перекис водню і т.п.). До органічних речовин, які відновлюються на ртутному крапельному електроді, відносяться сполуки, що містять карбонільні групи, подвійні вуглець-вуглецеві зв'язки, зв'язки вуглець-галоген, азот-кисень, сірка-сірка та ін. У якості розчинників часто використовують органічні рідини, тому що багато з аналізованих за даним методом речовин є нерозчинними у воді.

Полярографічний метод дуже чутливий, що дозволяє працювати з розведеними розчинами і невеликими об'ємами. Цим методом одержують дані про окиснення та відновлення окремих речовин або ферментних систем.

Амперометрія є різновидом полярографічного аналізу. Амперометричне титрування проводиться в електролізері, в який вміщують досліджуваній розчин.

Метод амперометричного титрування дозволяє виявити 10^{-6} г речовини в об'ємі, що титрується. Цим методом визначають більше 60 елементів у різних промислових і природних матеріалах, органічних речовинах, наприклад алкалоїди, альдегіди, аміни, кетони, органічні кислоти, барвники, цукри, феноли та ін.

Аналітичні можливості методу амперометричного титрування широкі. Метод застосовують для аналізу органічних і неорганічних речовин, визначення розчинності осадів, стійкості комплексних сполук і т.д. Цим методом можна визначати практично всі елементи періодичної системи та велику кількість органічних сполук, використовуючи реакції осадження, комплексоутворення, окиснення – відновлення і кислотно-основної взаємодії.

Важлива перевага амперометричного титрування перед вольтамперометрією – можливість визначати не тільки електроактивні речовини, але й будь-які інші з застосуванням електроактивних реагентів.

Отже, електрохімічні методи аналізу використовують для прямих вимірів, заснованих на залежності «аналітичний сигнал – сполука», та для визначення кінцевої точки титрування.

Електрохімічні методи дозволяють визначати концентрацію речовин:

- у широкому інтервалі ($1 - 1 \cdot 10^{-9}$ моль/л);
- у мутних і забарвлених розчинах;
- у суміші речовин (наприклад, визначення концентрації слабкої та сильної кислоти в розчині).

Електрохімічні методи аналізу можуть бути використані для автоматичного контролю і керування виробничими процесами.

Лекція №11-12 СПЕКТРОСКОПІЯ

Питання:

1. Спектральний аналіз
2. Сучасні спектроскопічні методи досліджень в біотехнології

1. Спектральний аналіз

Спектральний аналіз – це сукупність методів визначення елементного і молекулярного складу та будови речовин за їх спектрами. За допомогою спектрального аналізу визначають як основні компоненти, що становлять 50-60% речовини аналізованого об'єкту, так і незначні компоненти (з масою близько 10^{-10} г). Це розповсюджений аналітичний метод, що застосовується у багатьох галузях промисловості.

Спектроскопічні методи підрозділяються на атомні та молекулярні. В методах атомної спектроскопії виникають вузькі лінійчаті спектри, а в методах молекулярної – широкі слабоструктуровані спектри. Це визначає можливість їх застосування в хімічному аналізі та вимоги до вимірювальної апаратури.

Емісійний спектральний аналіз проводять за спектрами випускання збуджених атомів, іонів і молекул. Абсорбційний спектральний аналіз здійснюють за спектрами поглинання аналізованих об'єктів.

Рентгеноструктурний аналіз – метод дослідження атомної будови речовини за розподілом в просторі та інтенсивністю розсіяного на аналізованому об'єкті рентгенівського випромінювання. Методом рентгенівського структурного аналізу досліджуються метали і сплави, мінерали, неорганічні і органічні сполуки, білки, нуклеїнові кислоти, віруси. Метод застосовується для вивчення структури полімерів, аморфних матеріалів, рідин, газів.

Спектральний аналіз класифікують за метою аналізу і типами спектрів. В атомному спектральному аналізі (АСА) визначають елементний склад зразка за атомними (іонними) спектрами випускання і поглинання. В молекулярному спектральному аналізі (МСА) – молекулярний склад речовини за молекулярними спектрами поглинання, випускання, відбиття, люмінесценції і комбінаційного розсіювання світла.

Розрізняють два основних варіанти атомного спектрального аналізу – атомно-емісійний (АЕСА) і атомно-абсорбційний (ААА).

Атомно-емісійний спектральний аналіз заснований на залежності інтенсивності спектральної лінії випускання (емісії) певного елемента від його концентрації в аналізованому об'єкті.

Атомно-емісійна спектроскопія (спектрометрія) або атомно-емісійний спектральний аналіз – спектральний метод елементного аналізу, заснований на вивченні спектрів випромінювання вільними атомами та іонами у газовій фазі в області довжин хвиль 150-800 нм. Це метод визначення хімічного складу речовини за спектром випромінювання його атомів під впливом джерела

збудження. Збудження атомів відбувається при переході одного або кількох електронів на більш віддалений енергетичний рівень.

В основі оптичної спектроскопії лежать відкриття Ньютона (розклад біле світло в райдужну смужку – спектр), і роботи німецького фізика Фраунгофера (виявив у спектрі Сонця вузькі темні лінії, та встановив, що вони викликані поглинанням світла у верхніх шарах сонячної атмосфери, а також уперше точно виміряв довжину світлових хвиль).

Атомно-абсорбційний аналіз (ААА) заснований на залежності аналітичного сигналу від концентрації (закон Бугера - Ламберта - Бера). Абсорбційний спектральний аналіз – вивчення спектрів поглинання досліджуваної речовини. Розрізняють дослідження в ультрафіолетовій, видимій та інфрачервоній областях спектра. Абсорбційний спектральний аналіз включає методи: спектрофотометричний та колориметричний.

Сукупність методів молекулярно-абсорбційного спектрального аналізу, заснованих на вибіркового поглинанні молекулами речовини електромагнітного випромінювання в ультрафіолетовій (УФ), видимій та інфрачервоній (ІЧ) областях спектра ще називають фотометричним аналізом.

Методи, пов'язані з вимірюванням інтенсивності поглинання розчину підрозділяються:

- вимірювання світлового потоку, що пройшов через прозорий розчин (фотометричні – фотоколориметрія і спектрофотометрія);
- вимірюванням світлового потоку при світлорозсіянні зваженими частками мутного середовища (нефелометрія і турбідиметрія та ін.).

Фотометричні методи аналізу засновані на перетворенні аналізованої речовини на забарвлену розчинну сполуку з подальшим вимірюванням світлопоглинання розчину.

Фотоколориметрія це поглинання світла в інтервалі довжин хвиль від ~ 315 до ~ 980 нм.

Колориметрія (кольорове вимірювання) – метод кількісного вимірювання поглинання забарвлених розчинів.

Спектрофотометрія це метод дослідження та аналізу речовин, заснований на вимірюванні спектрів поглинання в області електромагнітного випромінювання в УФ, видимій та ІЧ-ділянках спектра. За типом досліджуваних систем спектрофотометрію, звичайно, поділяють на молекулярну і атомну.

Лазерний спектральний аналіз це якісне і кількісне визначення елементного і молекулярного складу речовини шляхом дослідження її спектрів, що отримують за допомогою лазерного випромінювання.

В молекулярному спектральному аналізі (МСА) – молекулярний склад речовини визначається за молекулярними спектрами поглинання, випускання, відбиття, люмінесценції і комбінаційного розсіювання світла.

За допомогою МСА здійснюють якісне (ідентифікація) та кількісне визначення індивідуальних речовин або речовини в сумішах. Це можуть бути відома молекулярна речовина, нові стабільні і нестабільні молекули та частки (іони, радикали та ін.). Методом МСА досліджують речовини в будь-яких

агрегатних станах, розчинах, плазмі, адсорбційному шарі і т.д. в широкому діапазоні температур (від близьких до абсолютного нуля – до сотень і тисяч градусів). Інформативність методу визначається строгою індивідуальністю спектра молекул, а комбінація методів аналізу за кількома видами спектрів ще більше підвищує надійність визначення сполуки аналізованої проби.

Молекулярний спектр є однозначною характеристикою молекули, визначається її властивостями в цілому, її структурою та властивостями атомів, що входять до складу молекули. У МСА використовують електронні спектри (спектри поглинання в УФ-й, видимій областях, спектри люмінесценції), коливальні спектри (ІЧ-спектри поглинання і випускання, спектри рентгенівські, спектри ядерного магнітного резонансу (ЯМР), електронного парамагнітного резонансу (ЕПР) та інші види спектрів.

Чутливість МСА зростає завдяки застосуванню лазерів, а також за рахунок використання нових методів реєстрації спектрів (багатоканальні методи, у першу чергу фур'є-спектроскопія, фотоакустична спектроскопія) і застосування низьких температур (матрична ізоляція, надзвукові молекулярні пучки та ін.). У деяких випадках МСА дозволяє визначати речовини в кількості до 10^{-12} г.

Люмінесцентний МСА – методи дослідження об'єктів, при яких реєструється або власне світіння досліджуваного об'єкта, або світіння люмінофорів (тверді та рідкі речовини, які здатні люмінісцювати), якими обробляється досліджуваний об'єкт.

Люмінесценція – нетеплове світіння речовини, що відбувається після поглинання нею енергії збудження. Важливою особливістю люмінесценції є здатність проявлятися при більш низьких температурах, тому що не використовує теплову енергію випромінюючої системи. За це люмінесценцію часто називають «холодним світінням».

Люмінесцентне світіння тіл прийнято поділяти на наступні види:

- фотолюмінісценція – світіння під дією світла (видимого або УФ-діапазону), яке поділяється на:

- флуоресценцію (час життя 10^{-9} - 10^{-6} с) – утворення люмінісцюючих комплексних сполук елементів з органічними реагентами;

- фосфоресценцію (10^{-3} -10 с) має велику селективність, оскільки лише деякі катіони утворюють із органічними реагентами фосфоресцюючі комплекси;

- хемілюмінісценція – заснована на світінні, що виникає в результаті окисно-відновних реакцій органічних речовин з катіонами перехідних металів. Межа виявлення $10^{-7}\%$. Застосування лазерів дозволяє знизити межі виявлення елементів до $10^{-13}\%$;

- катодолюмінісценція – викликана опроміненням швидкими електронами (катодними променями);

- сонолюмінісценція – люмінесценція, викликана звуком високої частоти;

- рентгенолюмінісценція – світіння під дією рентгенівських променів;

- радіолюмінісценція – при збудженні молекул речовини γ -випромінюванням.

Люмінесцентний МСА складається з якісного і кількісного хімічного люмінесцентного аналізу, при якому виявляють присутність або визначають вміст окремих речовин у суміші, а сортовий люмінесцентний аналіз дозволяє розділяти об'єкти по наявності або відсутності люмінесценції. У люмінесцентному аналізі використовують всі види збудження люмінесценції, але найчастіше – фотозбудження, що здійснюється за допомогою газорозрядних ламп, електричної іскри або лазерного випромінювання.

Чутливість хімічного люмінесцентного аналізу дуже велика і дозволяє виявляти домішки деяких, зокрема органічних, речовин у концентрації до 10^{-10} - 10^{-11} г/см³. У газовій фазі вдається реєструвати окремі атоми.

Люмінесцентний метод аналізу охоплює широке коло методів визначення різноманітних об'єктів: від простих іонів і молекул – до високомолекулярних сполук і біологічних об'єктів. Для складних зразків люмінесцентний аналіз поєднується з хімічними методами (хроматографія, електрофорез) або з біологічними методами (імуноаналіз, метод полімеразної ланцюгової реакції).

Цей метод застосовується для кількісного визначення вітамінів, антибіотиків, хлорофілу, поліциклічних ароматичних вуглеводнів в екстрактах рослин, ґрунтів, продуктів харчування з межею виявлення 10^{-7} – 10^{-8} %. Використовується також для люмінесцентної мікроскопії при імунохімічному аналізі визначення антитіл, гормонів, лікарських препаратів, антигенів за концентрацією комплексу антиген-антитіло.

Флуоресцентний МСА заснований на порівнянні спектрів світіння розчину досліджуваної речовини зі світінням еталонних розчинів близької концентрації. Метод має високу чутливість.

Флуоресценція – це короткотривала люмінесценція. Виникає внаслідок опромінення речовини світлом, іонізуючим промінням, при хімічних реакціях.

Флуоресцентний аналіз рідких, твердих та порошкоподібних проб використовується в фармацевтичній, харчовій промисловості та при виробництві косметичних препаратів:

- для контролю виробничих процесів очищення та сепарації;
- при виробництві рослинних олій, спиртів та ін.;
- при керуванні технологічними процесами, стабільністю виробництва.

2. Сучасні спектроскопічні методи досліджень в біотехнології

Спектрометрія кругового дихроїзму.

Дихроїзм, інтерференційний дихроїзм – здатність матеріалу або оптичної системи ділити світловий потік на дві або більше частини за довжиною хвилі світлового випромінювання (кольору) з малими щодо величини вихідного потоку втратами.

Круговий дихроїзм оптично активних молекул — залежність коефіцієнта поглинання світла від напрямку кругової поляризації. Ефект відкритий в 1911 році, іноді називається «ефектом Коттона».

Метод кругового дихроїзму заснований на вимірюванні різниці поглинання ліво- і правополяризованого світла. Така оптична активність є

мірою хіральності молекул, або мірою їх асиметрії.

Застосування методу кругового дихроїзму: вивчення згортання білків; конформаційних досліджень білків; взаємодії ДНК/РНК; у ферментативній кінетиці; визначення чистоти оптично активних субстанцій; кількісного аналізу фармацевтичних препаратів; дослідження макромолекул.

Рентгенівський структурний аналіз (рентгеноструктурний аналіз) – методи дослідження атомної будови речовини за розподілом в просторі та інтенсивністю розсіяного на аналізованому об'єкті рентгенівського випромінювання. За допомогою рентгеноструктурного аналізу досліджують неорганічні та органічні сполуки, білки, нуклеїнові кислоти, віруси.

Рентгенофлуоресцентна спектрометрія – метод аналізу, що використовується для визначення концентрації елементів від берилію до урану в діапазоні від 0,0001% до 100% у речовинах різного походження.

При аналізі однієї речовини методом рентгенівської спектрометрії можуть бути отримані результати різного типу.

- кількісний аналіз (визначення концентрації заданого набору елементів) характеризується високою відтворюваністю результатів при дуже високій чутливості. В основі кількісного аналізу лежить залежність інтенсивності характеристичного випромінювання від довжини хвилі.

- якісний аналіз (знаходження елементів, що входять до складу проби). Основою якісного аналізу є присутність або відсутність ліній характеристичного випромінювання елемента в спектрі проби. Елемент вважається присутнім у зразку в тому випадку, коли в спектрі виявлені як мінімум дві лінії його характеристичного випромінювання. Виявлення ліній елементів проводиться шляхом знаходження довжин хвиль піків спектра й пошуку знайдених значень у базі даних рентгенівських ліній.

- напівкількісний аналіз (експрес-визначення якісної і кількісної характеристики проби) проводиться у випадку невідомої речовини, коли за дуже короткий час потрібно з'ясувати зразкові концентрації всіх елементів, що присутні у пробі.

- ідентифікація речовини (співставлення невідомої речовини з еталоном). Даний вид аналізу проводиться при необхідності ототожнення сполуки й деяких фізичних властивостей двох зразків, один з яких є еталоном. Такий вид аналізу важливий при пошуку будь-яких відмінностей у складі двох зразків. У рентгенівській спектрометрії є можливості провести детальне порівняння зразків не тільки по характеристичних спектрах елементів, але і за інтенсивністю фонового випромінювання.

Рентгенофлуоресцентний аналіз (РФА) – один із сучасних методів дослідження речовини з метою одержання її елементного складу, тобто елементного аналізу. Метод РФА оснований на аналізі спектра, отриманого шляхом впливу на досліджуваний матеріал рентгенівського випромінювання.

Рентгенофлуоресцентний аналіз широко використовується в різних галузях промисловості. У харчовій промисловості цим методом користуються для визначення токсичних металів у харчових інгредієнтах.

Ультрафіолетова спектроскопія (УФ-спектроскопія) – розділ оптичної

спектроскопії, що включає одержання, дослідження та застосування спектрів випускання, поглинання та відбиття в УФ-області спектра (400 – 10 нм). Дослідженням спектрів в області 200 – 10 нм займається вакуумна спектроскопія.

Поглинання в близькій УФ- і видимій областях спектра пов'язане з наявністю в молекулі ненасичених зв'язків і атомів з неподіленими парами електронів. Групи атомів, які призводять до поглинання в близькій УФ-області (200 – 400 нм) і видимої (400 – 750 нм) області спектра, називаються хромофорами.

У якості джерел освітлення для УФ-області у спектрофотометрах використовують лампи з дуговим розрядом, наповнені дейтерієм або воднем.

Водневі або дейтерієві лампи випромінюють енергію у вигляді безперервного спектра в області 185 – 375 нм. Для роботи у видимій області використовують лампи розжарювання, випромінювання яких лежить в області 320 – 1100 нм.

Спектрофотометр призначений для вимірювання пропускання або оптичної щільності різних рідких і твердих прозорих речовин в області спектра від 220 до 1100 нм.

Лампа випромінювання за допомогою системи дзеркал фокусується на вхідну щілину монохроматора. Далі пучок світла потрапляє на диспергуючу поворотну призму, виготовлену з високоякісного оптичного кварцу, яка розкладає випромінювання в спектр. Випромінювання з потрібною довжиною хвилі «вирізається» із суцільного спектра вихідною щілиною.

Обертаючи призму монохроматора, можна одержувати на виході з нього світло різних довжин хвиль, яке, пройшовши через зразок або еталон, потрапляє на світлочутливий шар фотоелемента.

Застосування УФ-спектроскопії – вивчення спектрів випускання, поглинання та відбиття в УФ-області дозволяє визначати електронну структуру атомів, молекул, іонів, твердих тіл. На фотоєфекті, що викликається УФ-випромінюванням, заснована фотоелектронна спектроскопія. УФ-промені можуть порушувати хімічні зв'язки в молекулах, у результаті чого можуть виникати різні фотохімічні реакції (окиснення, відновлення, полімеризація і т.д.), що є основою фотохімії.

УФ-випромінювання поглинається верхніми шарами тканин рослин, шкірою людини або тварин. При цьому відбувається хімічна зміна молекул біополімерів. Малі дози УФ-випромінювання сприяють утворенню вітамінів групи D.

Спектрофотометрія у видимій області та УФ-областях дозволяє оцінювати ступінь чистоти речовини, ідентифікувати різні сполуки, визначати константи дисоціації кислот і основ, досліджувати процеси комплексоутворення.

Фізичним методом технологічної обробки м'ясопродуктів є ультрафіолетове опромінення. Стерилізуюча дія ультрафіолетових променів проявляється в основному на поверхні продукту (на глибині до 0,1 мм), що має особливе значення для м'яса, яке відразу після забою всередині не містить

мікроорганізмів і є промислово-стерильним, але ззовні вже обнасінене небажаною мікрофлорою.

Тому УФ лампи найчастіше використовують на холодильниках для опромінення туш м'яса, призначених для тривалого зберігання. Застосовують ультрафіолетове опромінення і для стерилізаційної обробки ковбас, води, повітря та розсолів.

Інфрачервона спектроскопія – один з фізичних методів дослідження будови і аналізу органічних та неорганічних речовин. Інфрачервоний спектр характеризується комбінаційними обертовими коливаннями С-Н, N-H, O-H зв'язків, що є особливістю інфрачервоної спектроскопії. Тому інфрачервоні спектри більшої частини речовин індивідуальні – так само, як і спектри сумішей з різним вмістом компонентів. Особливо цікава і зручна для кількісного аналізу спектроскопія близької інфрачервоної області. Саме ці спектри використовують для одночасного визначення вмісту кількох компонентів. Кожна речовина поглинає ІЧ-випромінення специфічно. Інакше кажучи, ІЧ-спектр є однозначною характеристикою речовини.

Можна одержати ІЧ-спектри речовин, що перебувають у будь-якому агрегатному стані.

В інфрачервоній спектроскопії найбільш широкого поширення набуло дослідження ІЧ-спектрів поглинання, які виникають у результаті поглинання ІЧ-випромінювання при проходженні через речовину. Це поглинання носить селективний характер і відбувається на тих частотах, які збігаються з деякими власними частотами коливань атомів у молекулах речовини або із частотами обертання молекул як цілого, а у випадку кристалічної речовини – із частотами коливань кристалічної решітки. У результаті інтенсивність ІЧ-випромінювання на цих частотах різко падає – утворюються смуги поглинання.

Інфрачервоні (ІЧ) спектри є характеристичними. Наявність в спектрах смуг поглинання дозволяє розшифрувати структуру молекул речовини, їх хімічний склад. Внаслідок однозначності зв'язку між будовою молекули і її молекулярним спектром ІЧ-спектроскопія широко використовується для якісного і кількісного аналізу сумішей різних речовин.

Інфрачервона спектроскопія знаходить застосування в дослідженні будови полімерів, біологічних об'єктів і безпосередньо живих клітин, а також з медичною метою. Швидкодіючі спектрометри дозволяють одержувати спектри поглинання за долю секунди і використовуються при вивченні хімічних реакцій.

Інфрачервоні аналізатори призначені для дослідження зразків, типових для харчової (спирти, м'ясо, оливки, жирівмісні, м'ясні та молочні продукти), фармацевтичної, косметичної промисловостей, полімерів, побутової хімії та інших матеріалів. Ці прилади працюють в близькому інфрачервоному діапазоні та здатні проникати в капілярно-пористі продукти на глибину 7 мм і призначені для аналізу хімічного складу й вимірювання вологості цільного зерна, круп, борошна, насіння олійних культур, харчових продуктів, хімічних речовин і фармацевтичних матеріалів.

За допомогою інфрачервоного випромінювання проводять стерилізацію

харчових продуктів з метою їх дезінфекції.

У харчовій промисловості ІЧ-спектроскопію також застосовують для визначення змісту транс-ізомерів жирних кислот (ненатуральні жири рослинного походження зі зміненою структурою молекул).

Інфрачервоні Фур'є-спектрометри являють собою ефективний аналітичний прилад для дослідження хімічного складу та контролю якості субстанцій і готових лікарських форм, що дозволяє визначити: автентичність (істинність) субстанції за стандартним спектром; якісний та кількісний аналіз вихідних речовин і продуктів синтезу; провести ідентифікацію і контроль якості сировини; провести контроль якості готових лікарських форм.

Фотометричний аналіз – це сукупність методів якісного і кількісного аналізу за інтенсивністю інфрачервоного (ІЧ), видимого та ультрафіолетового (УФ) випромінювання, що включає атомно-абсорбційний аналіз, люмінесцентний аналіз, молекулярно-абсорбційний спектральний аналіз, спектрофотометрію, фотометрію полум'я, турбідиметрію, нефелометрію.

Спектрофотометрія – метод дослідження та аналізу речовин, заснований на вимірюванні спектрів поглинання в області електромагнітного випромінювання. На практиці спектрофотометрію часто ототожнюють із оптичною спектроскопією. За типом досліджуваних систем спектрофотометрію, звичайно, поділяють на молекулярну і атомну. Розрізняють спектрофотометрію в ІЧ, видимій і УФ областях спектра.

Для вимірювання спектрів використовують спектральний прилад – спектрофотометр, основною частиною якого є: джерело випромінювання, диспергуючий елемент, кювета з досліджуваною речовиною та реєструючий пристрій. У якості джерела випромінювання застосовують дейтерієву лампу (в УФ-області) або вольфрамову лампу розжарювання (у видимій і близькій ІЧ областях). Диспергуючим елементом приладу є призменний монохроматор або монохроматор з дифракційними решітками. Спектр одержують у графічній або цифровій формах.

Полум'яна фотометрія – оптичний метод кількісного елементного аналізу за атомними спектрами випускання. Для одержання спектрів аналізовану речовину переводять в пари, що складаються з атомів досліджуваної речовини, які знаходяться в полум'ї.

Колориметрія (кольорове вимірювання) – методи кількісного вимірювання сили забарвлення розчинів. Слід відрізнити від калориметрії – сукупності методів виміру теплових ефектів (кількості теплоти), що супроводжують фізичні, хімічні та біологічні процеси.

Фотоколориметричне визначення засноване на тому, що світловий потік проходить через кювету з забарвленим аналізованим розчином і, пройшовши через розчин, сприймається фотоелементом. Сила електричного струму, що виникає при дії світлової енергії на фотоелемент, прямо пропорційна інтенсивності освітлення.

Фотометричний метод кількісного аналізу заснований на переведенні обумовленого компонента в сполуку, здатну поглинати світло. Кількість цього продукту реакції встановлюють шляхом вимірювання світлопоглинання.

У фотометричному аналізі застосовують реакції різних типів. Для визначення неорганічних компонентів найчастіше використовують реакції утворення кольорових комплексних сполук, що мають характерні смуги поглинання у видимій, ультрафіолетовій або інфрачервоній областях спектра. Для фотометричного визначення органічних компонентів найчастіше використовують реакції синтезу кольорових сполук.

Час, витрачений на проведення фотометричного аналізу, чутливість методу, його точність і вибірковість залежать, в основному, від вибору хімічної реакції та оптимальних умов утворення забарвленої сполуки.

Рефрактометрія – метод аналізу, заснований на явищі заломлення світла при проходженні з одного середовища в інше. Заломлення світла, тобто зміна його первісного напрямку, обумовлена різною швидкістю розподілу світла в різних середовищах.

Рефрактометрія є одним із розповсюджених методів ідентифікації хімічних сполук, кількісного та структурного аналізу, визначення фізико-хімічних параметрів речовин.

Застосування – у харчовій промисловості для вимірювання вмісту спирту в алкогольних продуктах, встановлення якості харчових продуктів. Рефрактометрія у фармацевтичному аналізі широко використовується для кількісного визначення речовин у розчині.

Автоматичні рефрактометри з мікропроцесорним керуванням призначені для дослідження концентрації широкого діапазону рідких середовищ як низької, так і високої в'язкості, незалежно від прозорості та кольору, застосовують для керування і регулювання промислових установок з рідкими матеріалами однорідного хімічного складу де потрібне досягнення певної концентрації або щільності рідини. При цьому рефрактометри безпосередньо вбудовуються в потік продукції або в лінію потоку. Оскільки рефрактометри чутливі до температури, а температура потоку продукції звичайно змінюється, вимірюють поточну дійсну температуру на місці установки приладу та корегують результати вимірювання автоматично.

Промислові рефрактометричні установки успішно застосовують на цукрових і великих пивоварних заводах, у виробництві згущеного молока та маргарину.

Застосовуються також на цукрових і хлібних заводах, кондитерських фабриках для аналізу продуктів і сировини, напівфабрикатів, кулінарних і борошняних виробів, визначення вологості меду (до 20 %), для визначення частки сухих речовин у суслах, цукрово-агаровому сиропі, для визначення масової частки розчинних сухих речовин за сахарозою, в продуктах переробки плодів і овочів, для визначення відсоткового вмісту жиру у твердих продуктах харчування (пряники, вафлі або хлібобулочні вироби), концентрації солей.

Інтерферометрія – метод дослідження, заснований на явищі інтерференції (додавання) хвиль.

В основі роботи інтерферометра лежить просторовий поділ пучка світла за допомогою обладнання з метою одержання двох або більше взаємно когерентних променів, які проходять різні оптичні шляхи, а потім зводяться

разом. Спостерігається результат їх інтерференції.

Відповідно до природи хвиль існують інтерферометри акустичні для звукових хвиль і інтерферометри для електромагнітних хвиль: оптичних (ультрафіолетової, видимої й інфрачервоної областей спектра) і радіохвиль різної довжини. Оптичні інтерферометри одержали найбільше поширення.

За допомогою інтерферометра Жамена проводять кількісний аналіз газових сумішей, визначають концентрацію деяких газоподібних домішок. Застосовують також для вимірювання показників заломлення газів і рідин та для визначення концентрації домішок у повітрі.

Поляриметрія – фізико-хімічний метод дослідження, заснований на вимірюванні ступеню поляризації світла та оптичної активності, тобто величини обертання площини поляризації світла при проходженні його через оптично активні речовини. Величина такого обертання в розчинах залежить від їх концентрації, тому поляриметрія широко застосовується для вимірювання концентрації оптично активних речовин.

Вимірювання проводяться за допомогою оптичних приладів – поляриметрів і спектрополяриметрів. Кут повороту площини поляризації залежить також від довжини хвилі світла, що проходить через розчин. Ця властивість використовується для вивчення будови біополімерів.

Застосовують для дослідження вуглеводів з метою ідентифікації, кількісного аналізу, вивчення будови та стереохімічного аналізу.

У біологічних дослідженнях поляриметрію застосовують для визначення цукрів і крохмалю в рослинних кормах, білків і амінокислот у розчинах, для виявлення й кількісного визначення глюкози, а також при визначенні активності ферментів, що розщеплюють вуглеводи.

При проходженні світла через дисперсні системи спостерігається його розсіювання або поглинання твердими завислими частинками. Це явище покладене в основу нефелометрії та турбідиметрії.

Нефелометрія – сукупність методів аналізу і вивчення дисперсних систем, заснованих на вимірюванні інтенсивності світлового потоку, розсіяного суспензією досліджуваної речовини. Ця величина пропорційна числу диспергированих частинок та кількості речовини. Інтенсивність розсіяного світла визначають за допомогою нефелометрів.

Турбідиметрія – метод кількісного хімічного аналізу. Заснований на вимірюванні інтенсивності світла, що пройшло через суспензію, утворену частками речовини в рідкій фазі.

Інтенсивність пучка світла, що проходить через мутне середовище, зменшується за рахунок розсіювання та поглинання світла зваженими частками.

Метод турбідиметрії дуже схожий на метод нефелометрії, однак на відміну від нього, аналітичним сигналом служить інтенсивність не відбитого світла, а того що пройшло через суспензію.

Нефелометричний і турбідиметричний методи застосовуються для аналізу суспензій, емульсій та інших мутних середовищ в області концентрацій 10^{-5} – 10^{-4} %. Основною перевагою нефелометричних і турбідиметричних методів є їх

висока чутливість, що особливо важливо у випадку елементів або іонів, для яких відсутні кольорові реакції.

У суспензіях із надвисокою мутністю неможливо визначити концентрацію часток нефелометричним способом. Для визначення мутності таких зразків існують інші способи: за проходженням світла, за прямим та зворотним розсіюванням.

Визначення надвисокої мутності звичайно використовується для контролю вмісту жиру в молоці, для керування виробничим процесом. До недоліків турбідиметрії та нефелометрії відносяться, головним чином, труднощі одержання суспензій, що мають однакові за розмірами частинки, їх стабільність в часі і т.д.

Спектроскопія комбінаційного розсіювання або Рамановська спектроскопія – спектроскопічний метод вивчення коливальних, обертальних та інших низькочастотних мод досліджуваної речовини, заснований на явищі непружного (комбінаційного, Рамановського) розсіювання монохроматичного світла у видимому, близькому УФ або близькому ІЧ діапазонах.

Рамановські спектрометри та мікроскопи знаходять широке застосування:

- у нанотехнологіях для дослідження будь-яких типів наноструктур;
- в органічній хімії для вивчення механізмів реакцій і характеристики продуктів синтезу;
- при розробці та контролі різних виробничих процесів;
- у фармацевтичній промисловості при розробці та контролі виробництва таблетованих лікарських форм і кремів;
- у косметології для оцінки ефективності косметичних засобів;
- у біології для вивчення культур мікроорганізмів, клітинних культур, тканин і природних волокон;
- для дослідження та розробки нових матеріалів.

Рамановські мікроскопи застосовуються на стадіях процесу синтезу і розробки лікарських препаратів. Область застосування різноманітна: від моніторингу нових поліморфів, що утворюються під час розробки препаратів, до виявлення причин поганої розчинності таблеток.

Рамановська спектроскопія відображає вібрації молекул і кристалів. На підставі цієї інформації, можна ідентифікувати речовини, а також визначати інші важливі характеристики. Оскільки Рамановська спектроскопія забезпечує одержання спектрів часток розміром біля 1 мкм, проведення безконтактних та вилучених визначень, і при цьому повністю сумісна з аналізом водних зразків та зразків в прозорих упаковках, даний метод оптимальний:

- для визначення розподілу компонентів у таблетованих формах і кремах при контролі процесу їх виготовлення;
- для підтвердження ідентичності вихідної сировини; – у дослідженнях *in vivo*, наприклад при вивченні розподілу лікарських сполук у товщі шкіри.
- для контролю сполук: розчинів і реакційних сумішей, емульсій, паст і суспензій, парогазових сумішей у реакторах і на поверхні твердої речовини.

Рамановський мікроскоп дозволяє спостерігати тонкі молекулярні ефекти безпосередньо, співвідносити зображення оптичного або електронного

мікроскопа із двовимірною або тривимірною картою, побудованою за лініями у спектрі комбінаційного розсіювання.

Мікрохвильове, або надвисокочастотне (НВЧ) випромінювання являє собою електромагнітні хвилі (область радіочастот) із частотою коливань від 300 МГц до 30 ГГц, що відповідає довжині хвилі від 1 м до 1 мм. Охоплює дециметрові, сантиметрові та міліметрові хвилі. По шкалі частот мікрохвилі розташовані між радіохвилями і тепловим випромінюванням, тому їх властивості є проміжними між цими видами випромінювання.

Мікрохвильове випромінювання має стерилізуючу дію відносно стафілококів, кишкових паличок та інших мікроорганізмів. Причина цього ефекту полягає в тому, що температура усередині продукту зростає дуже швидко, при одночасному діелектричному нагріванні білків мікроорганізмів. Відбувається, так званий, «тепловий удар», що знищує мікроорганізми.

Радіоспектроскопія – область фізики, що досліджує процеси поглинання та випромінювання електромагнітних хвиль.

Радіоспектроскопія відрізняється від оптичної спектроскопії, інфрачервоної спектроскопії малими енергіями квантів, що поглинаються. Порівняно з оптичною спектроскопією й інфрачервоною спектроскопією радіоспектроскопія має ряд особливостей, які дозволяють одержувати інформацію про речовину.

Електронний парамагнітний резонанс – явище резонансного поглинання електромагнітної енергії в сантиметровому або міліметровому діапазоні довжин хвиль речовинами, що містять парамагнітні частки. Один з методів радіоспектроскопії. Парамагнітними частками можуть бути атоми та молекули, як правило, з непарним числом електронів.

Метод ЕПР дозволяє визначати природу і локалізацію дефектів решітки кристалів, наприклад центрів забарвлення. Метод ЕПР широко застосовується в хімії і біології, де в процесі хімічних реакцій або під дією іонізуючого випромінювання можуть утворюватися молекули з незаповненим хімічним зв'язком – вільні радикали.

У біології методом ЕПР вивчаються ферменти, вільні радикали в біологічних системах і металорганічних сполуках.

Спектроскопія ЕПР – один з найбільш інформативних методів дослідження, що використовується для встановлення будови стабільних радикалів та іонів-радикалів з нетривалим часом існування, вивчення механізму реакцій, в гомо- і гетерогенному каталізі, радіаційно-хімічних і біологічних процесах.

Ядерний магнітний резонанс – це явище резонансного поглинання радіочастотних хвиль речовинами, що містять ядра з ненульовим спіном і непарним числом протонів в зовнішньому магнітному полі, обумовлене переорієнтацією магнітних моментів ядер.

ЯМР як метод дослідження ядер, атомів і молекул одержав застосування у фізиці, хімії, біології. Досліджені механічні, електричні та магнітні властивості багатьох ядер, визначені з високою точністю деякі фізичні константи, отримані дані про властивості речовин у рідкому і кристалічному

станах, про будову молекул, металів, поведінку речовин у живих організмах, розроблено методи контролю над ходом хімічних реакцій.

Головне завдання спектроскопії ЯМР – визначення структури чистих органічних сполук. Метод особливо важливий для вивчення конфігурації основного ланцюга, ізомерії і просторової геометрії молекули. Можливість порівняно простого визначення просторової будови дозволила широко застосовувати ЯМР-спектроскопію для дослідження природних сполук.

Друге, і не менш важливе, завдання ЯМР-спектроскопії – це функціональний аналіз. За допомогою ЯМР він спрощується для груп, утримуючих магнітні ядра (функціональні групи -аміно, оксикарбоксильна і карбонільна, альдегідна, а також фтор і фосфорвмісні групи).

ЯМР-спектроскопія використовується і для кількісного органічного аналізу. Пропорційність між площами піків і числом ядер, що резонують при даній частоті, відкриває шлях до використання ЯМР для кількісного елементарного і функціонального аналізу.

Спектроскопія ЯМР допомагає встановленню:

- кількісного і якісного аналізу індивідуальних сполук і багатокomпонентних систем;
- точної хімічної структури;
- ідентичності та визначення ступеню чистоти хімічних сполук;
- стереохімічної будови молекул.

ЯМР-спектроскопія використовується для біологічних досліджень. Зокрема, це уточнення хімічного складу новоутворень без хірургічного втручання, а також дослідження різноманітних органічних сполук.

Існують лабораторії, які займаються дослідженням твердих нерозчинних сполук. В якості об'єкта для дослідження методом спектроскопії ЯМР твердого тіла можуть виступати розчини речовин або тверді речовини:

- полімери, біополімери;
- молекулярні сита (цеоліти, нанокристалічні цеоліти та ін.);
- лікарські засоби (мультикристалічний поліморфізм фармацевтичних сполук, структура і активність фармакологічних агентів в полімерних матрицях, фазові переходи між кристалічними і аморфними формами, зміна структури при виробництві й стабільність лікарських сполук);
- природні сполуки;
- продукція харчової промисловості.

ЯМР-спектроскопічні методи аналізу спиртів широко використовуються для вмісту алкоголю.

Імпульсні ЯМР аналізатори низького дозволу знайшли успішне застосування як рутинні аналізатори в харчовій промисловості для:

- аналізу напоїв – визначення вмісту алкоголю, цукру, води;
- визначення масової частки цукрів, харчових волокон, кислотності в соках;
- визначення вмісту білків, жирів, зольних речовин, оцінки гранулометричного складу борошна;
- контролю процесу ферментації;

- мікробіологічних досліджень продуктів харчової промисловості.

Настільний ЯМР – релаксометр відноситься до області імпульсного ЯМР низького дозволу. Він широко застосовується для контролю виробничих процесів і якості продукції, для аналітичних досліджень (визначення вмісту твердих компонентів у жирах, вмісту масла в насіннях олійних культур), у фармацевтичній промисловості для контролю якості лікарських засобів.

Мас-спектроскопія (мас-спектрометрія, мас-спектрографія, мас-спектральний аналіз) – фізичний метод вимірювання відношення маси заряджених часток матерії (іонів) до їх заряду.

Істотна відмінність мас-спектрометрії від інших аналітичних фізико-хімічних методів полягає в тому, що мас-спектрометрія має справу із частками речовини. Мас-спектрометрія вимірює їх масу, вірніше – відношення маси до заряду. Мас-спектр – це розсортування заряджених часток за їх масою (точніше відношенням маси до заряду).

Для того, щоб одержати мас-спектр, необхідно перетворити нейтральні молекули і атоми, що входять до складу будь-якої органічної або неорганічної речовини, у заряджені частки – іони. Цей процес називається іонізацією. Іонізація здійснюється по різному для органічних і неорганічних речовин.

Мас-спектрометри – це прилади для розділення іонізованих частинок речовини (молекул, атомів) за їх масою, заснований на впливі магнітних та електричних полів на пучки іонів, що летять у вакуумі.

На характеристичності мас-спектрів речовин заснований як якісний, так і кількісний аналіз хімічного складу сумішей.

Останнім часом широкого поширення набув мас-аналізатор на основі іонно-циклотронного резонансу. У цьому аналізаторі іони влітають у сильне магнітне поле і обертаються там по циклічних орбітах (як у циклотроні, прискорювачі елементарних часток). Цей тип мас-аналізатора дозволяє найбільш точно визначити масу іона.

Для аналізу елементної сполуки застосовуються мас-спектрометри з індуктивно-пов'язаною плазмою. За допомогою цього приладу визначають із яких атомів складається речовина. Цей же метод аналізу може показувати і ізотопний склад речовини. Інформація про ізотопний склад допомагає ідентифікувати органічні сполуки і дозволяє дати відповіді на питання, пов'язані з фальсифікації багатьох продуктів і встановлення місця походження товарів та сировини.

Широке використання мас-спектроскопічних методів аналізу обумовлене необхідністю проведення точних і швидких досліджень вмісту діючої речовини в препараті при фармацевтичному аналізі.

Мас-спектрометричний аналіз, досить часто в сукупності із хроматографією, дозволяє швидко визначати вміст органічних речовин у препаратах. При необхідності визначення чистоти препарату застосовується ізотопна мас-спектрометрія, яка вивчає природні та техногенні варіації ізотопного складу хімічних елементів. Вона дозволяє виявити всі елементи періодичної системи із чутливістю до 10^{-12} г.

Мас-спектрометричний аналіз застосовується при розробці нових

лікарських засобів. Без мас-спектрометрії неможливий контроль виробництва лікарських засобів, контроль над незаконним поширенням наркотичних і психотропних засобів, криміналістичний і клінічний аналіз токсичних препаратів.

Мас-спектри використовуються для визначення структури молекул та ідентифікації речовин, тобто для проведення якісного аналізу складних органічних сполук.

Мас-спектрометри застосовуються для вивчення послідовності амінокислот у пептидах. Оскільки амінокислоти відрізняються молекулярною вагою, то різна маса відповідає різним пікам мас-спектра і дає змогу ідентифікувати амінокислоту.

Мас-спектрометрія застосовується для дослідження природи та ступеню гетерогенності ліпополісахаридів, будови олігосахаридів, розміщення жирних кислот у ліпідах.

За допомогою мас-спектрометрії проводиться аналіз токсичних препаратів і вибухових речовин, присутності слідових кількостей хімічних речовин (наприклад, пестицидів) у харчових продуктах, а також техногенних (тобто не існуючих у природі, таких, що з'явилися в результаті індустріальної діяльності людини) речовин, які є супертоксикантами, та мають отруйну, канцерогенну або іншу шкідливу для здоров'я людини дію в гранично низьких концентраціях.

Мас-спектрометрія дозволяє ідентифікувати білки, визначити зміни структури при їх виробництві, визначити шляхи метаболізму різних лікарських засобів та інших сполук, й ідентифікувати метаболіти.

Ефективність мас-спектрометрії, як методу молекулярного аналізу, різко зростає при його комбінації з іншими методами, особливо із хроматографією (поєднання мас-спектрометра з газовим або рідинним хроматографом). Високоєфективна рідинна хроматографія разом з мас-спектроскопічним аналізом є основним аналітичним інструментом при розробці нових лікарських засобів. Без цього методу не можливо обійтися при контролі якості вироблених ліків і виявлення такого розповсюдженого явища як їх фальсифікація.

Хромато-мас-спектрометрія (ХМС) – метод аналізу сумішей органічних речовин і визначення їх слідових кількостей у розчині. Метод засновано на комбінації двох самостійних методів – хроматографії та мас-спектрометрії. За допомогою першого здійснюють розділення суміші на компоненти, за допомогою другого – ідентифікацію речовини, кількісний аналіз.

Лекція №13

КОНТРОЛЬ ЯКОСТІ БІОТЕХНОЛОГІЧНОЇ ПРОДУКЦІЇ

Питання:

1. Система контролю якості продукції
2. Види технічного контролю. Елементи системи контролю якості

1. Система контролю якості продукції

Якість продукції – це сукупність властивостей, що зумовлюють її придатність задовольняти певні потреби відповідно до призначення. Під властивістю продукції мається на увазі об'єктивна особливість, яка проявляється при створенні, експлуатації або споживанні.

Система контролю якості продукції є сукупністю взаємозв'язаних об'єктів і суб'єктів контролю, використовуваних видів, методів і засобів оцінки якості виробів і профілактики браку на різних етапах життєвого циклу продукції і рівнях управління якістю.

Ефективна система контролю якості продукції дозволяє, у більшості випадків, здійснювати своєчасну і цілеспрямовану дію на рівень якості продукції, що випускається, попереджати всілякі недоліки і збої в роботі, забезпечувати їх оперативне виявлення і ліквідацію з найменшими витратами ресурсів.

Життєвий цикл продукції – сукупність виробничих процесів і споживання продукції певного виду від початку дослідження можливості її створення до припинення споживання або експлуатації, утилізації або знищення продукції.

Технічний контроль якості продукції здійснюється на всіх стадіях життєвого циклу продукції, таких, як розробка, виробництво (виготовлення), експлуатація (споживання).

Основне завдання контролю якості продукції на етапі розробки продукції виявляти і запобігати явним порушенням встановлених вимог розробки згідно стандартам і іншим нормативним документам, а також механічним помилкам в процесі проектування виробів і оформлення технічної документації.

Контроль відповідності нових розробок встановленим вимогам повинен цілеспрямовано здійснюватися різноманітними компетентними органами, у тому числі, національним агентством метрології, стандартизації і сертифікації, відповідними підрозділами міністерств, контролюючими ланками різних служб підприємств (відділів головного конструктора, головного технолога, стандартизації, технічного контролю, метрологічної служби та ін.).

На стадії підготовки до виробництва необхідно здійснювати вхідний контроль якості сировини, матеріалів, напівфабрикатів і комплектуючих виробів, що отримуються і використовуються безпосередньо у виробництві кінцевої продукції. Головна мета організації вхідного контролю – запобігання використанню у виробництві початкових компонентів готової продукції, що не відповідають по якості вимогам, що пред'являються до них.

На стадії виготовлення продукції технічний контроль зводиться до

контролю якості і стану технологічних процесів. При контролі технологічних процесів головна увага приділяється перевірці дотримання технологічної дисципліни в процесі виробництва.

Крім того контролюється забезпечення досягнутих показників якості продукції в процесі її внутрішньозаводського транспортування, зберігання, упаковки і відправки споживачеві.

На стадії експлуатації або споживання продукції задачами контролю якості є перевірка відповідності показників якості продукції вимогам науково-технічної документації при зберіганні, транспортуванні і функціонуванні цієї продукції та перевірка правильності експлуатації продукції.

Усі об'єкти технічного контролю якості тісно пов'язані з контрольованими етапами життєвого циклу продукції. До числа основних об'єктів технічного контролю якості входять:

- методи розробки і змісту стандартів, технічних умов, конструкторської, технологічної і іншої нормативно-технічної документації, регламентуючої процеси розробки, виробництва, повернення і експлуатації;
- якість сировини, матеріалів, напівфабрикатів, заготівель і комплектуючих виробів, що отримуються;
- якість сировини, матеріалів, напівфабрикатів, заготівель і комплектуючих виробів власного виробництва;
- технічний рівень і стан використовуваного обладнання, технологічного оснащення і інструменту, прогресивність технології;
- кваліфікаційний рівень виконавців технологічних операцій і управлінського апарату;
- технологічна дисципліна у виробництві і якість праці працюючих;
- методи технічного контролю і випробувань продукції, наявність, технічні можливості і стан контрольно-вимірювальних приладів, пристосувань і інструменту;
- якість деталей, вузлів, складальних одиниць і готової продукції;
- якість упаковки і тари, засобів і правил складування, зберігання і транспортування продукції;
- правила експлуатації, технічного обслуговування і діагностики продукції споживачами, їх дотримання;
- діяльність органів управління різних рівнів і ланок по реалізації наданих їм контрольних повноважень, процес розвитку і вдосконалення систем управління якістю продукції і технічного контролю на підприємствах, в галузях і так далі.

Усю сукупність суб'єктів контролю якості можна класифікувати по їх рівнях управління, на яких вони здійснюють свою діяльність, а також по видах контролю.

На загальнодержавному рівні перевіркою якості продукції, що випускається та реалізовується, а також застосуванням різних заходів дії до порушників займаються: Національне агентство з акредитації України; органи по сертифікації продукції, робіт, послуг, систем якості і виробництв; органи митного і антимонопольного регулювання; судові органи Держарбітража;

комісії місцевих органів влади.

На галузевому рівні і рівні підприємств (організацій) відомчий контроль якості продукції відповідно до закріплених обов'язків і наданих повноважень здійснюють: міністр і його заступники; інспекції за якістю продукції міністерств; галузеві випробувальні центри; директори і головні інженери підприємств галузі; підрозділи контролю якості великих виробничих структур; відділи технічного контролю підприємств і їх підрозділи; бюро технічного контролю цехів і ділянок; бригади контролерів ОТК; контролери ОТК; дослідницькі і вимірювальні лабораторії, контрольно-випробувальні станції, підрозділи служб головного конструктора, головного технолога, головного механіка, головного металурга, головного метролога, головного бухгалтера, матеріально-технічного постачання, збуту, юридичною, фінансовою стороною та ін.; групи якості; майстри, бригадири; виконавці виробничих операцій, переведені на самоконтроль; виконавці виробничих операцій, не переведені на самоконтроль.

Міжвідомчий контроль якості продукції в рамках наданих повноважень і діючого законодавства можуть здійснювати: органи Держторгінспекції, контролюючі підрозділи торгових, постачальницько-збутових і інших організацій; замовники (представники замовників на підприємствах); споживачі (їх суспільства, асоціації, спілки і тому подібне).

Кожному з названих суб'єктів контролю відповідає свій вид контролю якості, що відрізняється від інших видів наступними ознаками: основні напрями і конкретні завдання перевірок; арсенал наявних засобів і методів здійснення контролю якості продукції (робіт, послуг); місце і час проведення контролю; глибина проникнення в суть явищ і міра охоплення усієї сукупності чинників і причин, що прямо або побічно впливають на якість продукції (робіт, послуг); рівень узагальнення результатів перевірок; сукупність важелів і каналів дії на об'єкт контролю; характер дії на контрольований об'єкт.

Правові основи забезпечення якості продуктів біотехнологічного виробництва і здійснення їх контролю встановлює низка законів, що набули чинності в Україні.

Законодавство України у сфері поводження з ГМО складається з Конституції України, Закону України «Про державне регулювання генетично-інженерної діяльності та державний контроль за розміщенням на ринку генетично модифікованих організмів і продукції», законів України «Про основні принципи та вимоги до безпечності та якості харчових продуктів», «Про інформацію для споживачів щодо харчових продуктів», «Про систему громадського здоров'я», «Про насіння і садивний матеріал», «Про охорону прав на сорти рослин», «Про безпечність та гігієну кормів», «Про охорону навколишнього природного середовища», «Про основні засади державного нагляду (контролю) у сфері господарської діяльності», «Про державний контроль за дотриманням законодавства про харчові продукти, корми, побічні продукти тваринного походження, ветеринарну медицину та благополуччя тварин», «Про охорону прав на винаходи і корисні моделі», інших нормативно-правових актів, що прийняті відповідно до них, а також відповідних

міжнародних договорів, згоду на обов'язковість яких надано Верховною Радою України.

Закон України «Про державне регулювання генетично-інженерної діяльності та державний контроль за розміщенням на ринку генетично модифікованих організмів і продукції» визначає правові та організаційні засади державного регулювання генетично-інженерної діяльності, забезпечення екологічної, генетичної, продовольчої та біологічної безпеки держави та державний контроль за розміщенням на ринку генетично модифікованих організмів і продукції.

Закон України «Про основні принципи та вимоги до безпечності та якості харчових продуктів» регулює відносини між органами виконавчої влади, операторами ринку харчових продуктів та споживачами харчових продуктів і визначає порядок забезпечення безпечності та окремих показників якості харчових продуктів, що виробляються, перебувають в обігу, ввозяться (пересилаються) на митну територію України та/або вивозяться (пересилаються) з неї.

Закон України «Про захист прав споживачів» регулює відносини між споживачами товарів, робіт і послуг та виробниками і продавцями товарів, виконавцями робіт і надавачами послуг різних форм власності, встановлює права споживачів, а також визначає механізм їх захисту та основи реалізації державної політики у сфері захисту прав споживачів.

У процесі розробки показників якості продуктів біотехнологічного виробництва та контролювання їхньої якості здійснюються вимірювання. Правові основи забезпечення єдності вимірювань визначає Закон України «Про метрологію і метрологічну діяльність».

Технічною основою контролю якості продуктів біотехнологічного виробництва є стандартизація і метрологія.

Стандартизація спрямована на розробку та встановлення вимог, норм, правил, характеристик як обов'язкових для виконання, так і тих, що рекомендуються. Вона гарантує право споживача на придбання безпечної продукції, що відповідає вимогам нормативної документації, яка визначає рівень якості продукції, що випускається. Контроль якості цієї продукції здійснюється відповідно до вимог нормативних документів.

Зумовлені стандартами показники, норми і вимоги до якості сировини та готової продукції, методи і засоби випробувань і контролю мають відповідати сучасному стану науки і техніки та ґрунтуватися на результатах новітніх досліджень.

Методи і засоби вимірювання (метрологія) покликані забезпечити необхідну точність визначення параметрів технологічних процесів виробництва і збереження, що реєструються, у нормативній документації, а також показників якості сировини, напівфабрикатів і готової продукції.

В Україні в галузі контролю використовують стандартизовані терміни, регламентовані чинним національним стандартом ДСТУ 3021-95 «Випробування і контроль якості продукції. Терміни та визначення»:

Випробування – експериментальне визначення кількісних і якісних

характеристик властивостей об'єкта випробування.

Об'єкт випробування – продукція, що підлягає випробуванню.

Метод випробування – правила застосування визначених принципів і засобів випробувань.

Методика випробувань – організаційно-методичний документ, обов'язковий до виконання, що визначає методи, засоби й умови випробувань, добір проб, алгоритми виконання операцій із визначення однієї або декількох взаємозалежних характеристик властивостей об'єкта, форми подання даних і оцінку точності та вірогідності результатів, вимоги техніки безпеки й охорони навколишнього середовища.

Типова методика випробувань – методика, що встановлює загальні вимоги до проведення випробувань групи однорідної продукції.

Стандарт методів випробувань – стандарт, що встановлює їх методи, іноді доповнений іншими положеннями, що стосуються випробувань, такими як, наприклад, добір проб, використання статистичних методів і порядок проведення випробувань.

Атестація методики випробувань – визначення забезпечуваних методикою значень показників точності, вірогідності та відтворюваності результатів випробувань і їхньої відповідності вимогам.

Засоби випробувань – технічний пристрій, речовина і (або) матеріал для їх проведення.

Точність результатів випробувань – властивість, яка характеризується близькістю результатів до дійсних значень характеристик об'єкта у визначених умовах випробувань.

Відтворюваність результатів випробувань – характеристика результатів випробувань, обумовлена близькістю результатів повторних випробувань об'єкта.

Контроль за якістю продукції – контроль за кількісними і (або) якісними характеристиками властивостями продукції.

Технічний контроль – перевірка відповідності об'єкта встановленим технічним вимогам.

Об'єкт технічного контролю – продукція, що підлягає контролю, процеси її створення, застосування, а також відповідна технічна документація.

Усі методи контролю за якістю біотехнологічних продуктів, що використовуються виробничими лабораторіями, мають бути стандартизовані, тобто на них повинні бути розроблені стандарти. Нині виробничі лабораторії користуються як національними і міждержавними стандартами методів випробувань, так і стандартами радянських часів. Усі стандарти повинні бути актуалізовані.

Результати випробувань біотехнологічної продукції порівнюють із показниками якості, які регламентують вимоги до якості контрольованої продукції.

2. Види технічного контролю. Елементи системи контролю якості

Організаційні форми і види процесів технічного контролю якості продукції дуже різноманітні. Тому доцільне їх ділення на групи за класифікаційними ознаками.

За стадіями виробничого процесу:

- вхідний контроль, призначений для перевірки якості сировини, матеріалів, напівфабрикатів, комплектуючих виробів, що отримуються по кооперації, а також інструментів і пристосований до початку виробництва;
- післяопераційний (проміжний) контроль деталей, вузлів, заготівель і тому подібне, виконуваний по ходу технологічного процесу;
- приймальний (остаточний) контроль, що проводиться над заготівлями, деталями, складальними одиницями, готовими виробами;

Виділяють наступні види контрольних операцій: контроль транспортування продукції; контроль зберігання продукції.

За мірою охоплення продукції (за об'ємом перевірки):

- суцільний контроль, що виконується при повному (100%-ому) охопленні продукції, що пред'являється. Він застосовується в наступних випадках: а) при ненадійності якості матеріалів, що поставляються, напівфабрикатів, заготовок, деталей, складальних одиниць; б) коли устаткування або особливості технологічного процесу не забезпечують однорідність об'єктів, що виготовляються; в) при зборці у разі відсутності взаємозамінності; г) після операцій, що мають вирішальне значення для якості наступної обробки або зборки; д) після операцій з можливим високим розміром браку; е) при випробуванні готових виробів відповідального призначення;

вибірковий контроль, здійснюваний не над усією масою продукції, а тільки над вибіркою. Зазвичай він використовується в наступних випадках: а) при великій кількості однакових технологічних операцій, б) при високій мірі стійкості технологічного процесу; в) після другорядних операцій.

За особливостями перевірки (по характеру дії на контрольовану продукцію):

- руйнівний контроль, при якому наступне використання продукції неможливе;
- неруйнівний контроль.

За мірою механізації і автоматизації:

- ручний (немеханізований) контроль;
- механізований контроль;
- автоматизований контроль (автоматизовані системи управління якістю).

За контрольованим параметром:

- контроль за кількісною ознакою, коли визначають чисельні значення одного або декількох показників, які порівнюють з нормативними значеннями;
- контроль за якісною ознакою, коли кожному одиницю продукції, що перевіряється, приписують до певної групи, а рішення приймають залежно від того, який виріб потрапив до кожної групи;
- контроль за альтернативною ознакою – це окремий випадок контролю

за якісною ознакою, коли існують дві групи – придатні і дефектні вироби.

За організаційними формами виявлення і попередження браку :

- легкий контроль, який виконується контролером несподівано, у випадкові моменти часу (без графіку) при систематичному обході закріплених за ним робочих місць;

- кільцевий контроль, що полягає в тому, що за контролером закріплюється певна кількість робочих місць, які він обходить «по кільцю» періодично в відповідності з годинним графіком, причому продукція проходить контроль на місці її виготовлення;

- статистичний контроль, що є формою періодичного вибіркового контролю, заснований на методах математичної статистики і, що дозволяє виявити і ліквідувати відхилення від нормального ходу технологічного процесу раніше, ніж ці відхилення приведуть до браку;

- поточний попереджувальний (превентивний) контроль, що виконується з метою попередження браку на початку і в процесі обробки. Він включає: а) перевірку перших екземплярів виробів; б) контроль дотримання технологічних режимів; в) перевірку матеріалів, що потрапляють у виробництво, інструментів, технологічного оснащення та ін.

За часом виконання: безперервний (наприклад на конвеєрі або в потоці); періодичний.

За місцем виконання:

- стаціонарний контроль, що виконується в стаціонарних контрольних пунктах, оснащених складною вимірювальною апаратурою;

- ковзаючий контроль, що виконується безпосередньо на робочих місцях (коли можливе застосування простих контрольних-вимірювальних інструментів або приладів; при перевірці громіздких виробів, незручних для транспортування; при виготовленні малого числа однакових виробів).

За виконавцями: самоконтроль; контроль майстрів; контроль служби технічного контролю; інспекційний контроль; одноступінчастий контроль (виконавця плюс приймання службою технічного контролю); багатоступінчастий контроль (виконавця плюс операційний плюс спеціальний плюс приймальний).

За використовуваними засобами контролю:

- вимірювальний (інструментальний) контроль, що здійснюється за допомогою всіляких засобів виміру (являються в цьому випадку засобами контролю) і вживаний для оцінки значень контрольованих параметрів виробу;

- реєстраційний контроль, здійснюваний для оцінки об'єкту контролю на підставі результатів підрахунку (реєстрації певних якісних ознак, подій, виробів, наприклад, кількості дефектних одиниць продукції). При реєстраційному контролі в якості засобів контролю можуть бути використані як органи чуття людини, так і спеціальні лічильники;

- органолептичний контроль, здійснюваний за допомогою тільки органів чуття без визначення чисельних значень контрольованого об'єкту; візуальний контроль – варіант органолептичного, при якому контроль здійснюється тільки органами зору. В деяких випадках органолептичному і візуальному при

контролі застосовуються підсилюючі засоби, наприклад, мікроскопи і тому подібне;

- контроль за зразком, здійснюваний порівнянням характеристик контрольованого виробу з ознаками контрольного зразка (еталону);
- технічний огляд, здійснюваний, в основному, за допомогою органів чуття і, при необхідності, із залученням простих засобів контролю.

Особливим видом контролю є випробування готової продукції. Випробування – це визначення або дослідження однієї або декількох характеристик виробів під впливом сукупності фізичних, хімічних, природних або експлуатаційних чинників і умов.

Випробування проводяться за відповідними програмами. Залежно від цілей існують основні види випробувань:

- попередні випробування – це випробування дослідних (головних) зразків з метою визначення можливості приймальних випробувань;
- приймальні випробування – це випробування дослідних (головних) зразків з метою визначення можливості їх постачання у виробництво;
- приймально-здавальні випробування – це випробування кожного виробу з метою визначення можливості його постачання замовникові;
- періодичні випробування – це випробування, які проводяться один раз в 3-5 років з метою перевірки стабільності виробництва;
- типові випробування – це випробування серійних виробів після внесення істотних змін до конструкції або технології.

Точність засобів контролю і випробування має бути така, щоб не відбувалося значне спотворення вимірювального параметра.

До основних елементів системи контролю якості продукції входять наступні загальні підсистеми:

- планування;
- інспекційного контролю;
- стимулювання і відповідальності.

Головна мета підсистеми планування – складання взаємопов'язаних поточних і перспективних планів робіт з контролю якості продукції на різних рівнях управління і стадіях життєвого циклу виробів.

Головна мета підсистеми інспекційного контролю – постійні і цілеспрямовані перевірки стану робіт за оцінкою технічного рівня і якості продукції, що випускається, вдосконалення організаційних форм, методів і засобів контролю і випробувань продукції, а також визначення істинної достовірності результатів технічного контролю і виявлення в загальній сукупності контролюючих органів, підрозділів і осіб конкретних винуватців пропускання недоброякісної продукції.

Головна мета підсистеми стимулювання і відповідальності – забезпечення необхідної матеріальної і моральної зацікавленості працівників в досягненні високих стабільних позитивних результатів при контролі якості продукції і здійсненні робіт з комплексного удосконалення різних елементів системи контролю якості. У рамках цієї підсистеми слід встановити жорстку пряму залежність форм і розмірів матеріального і морального стимулювання:

а) контрольованих осіб від досягнення і перевищення встановленого рівня параметрів контролю; б) контролюючого персоналу від зміни достовірності і ефективності перевірок, що проводяться, міри виконання планів контролю, наявності помилок в роботі.

Планування діяльності, контроль і стимулювання персоналу є загальною, найбільш важливою і невід'ємною частиною роботи з реалізації цілей і завдань усієї системи контролю якості продукції.

Додаткові елементи системи контролю якості продукції представлені поруч спеціальних і забезпечуючих підсистем.

У структурно-функціональній моделі системи контролю якості продукції можна виділити наступні спеціальні підсистеми:

- профілактики браку і низької якості в процесі розробки і виробництва продукції (включає види і методи контролю якості на етапі розробки виробу; вхідний контроль якості сировини, матеріалів, напівфабрикатів, комплектуючих виробів, інструменту й іншої продукції, що отримується по кооперації; контроль дотримання технологічної дисципліни в цехах і на ділянках; активний контроль якості, при якому приймаються рішення з поліпшення якості продукції та ін.);

- випробувань продукції;

- сертифікації продукції, робіт, послуг, систем якості і виробництв;

- атестації технологічних процесів, робочих місць і виконавців виробничих операцій;

- державного нагляду за впровадженням і дотриманням стандартів, метрологічним забезпеченням виробництва й іншими умовами і чинниками випуску продукції потрібної якості;

- самоконтролю якості у виробництві;

- стандартизації методів і засобів контролю якості продукції;

- використання позаповідомчих форм контролю якості (замовниками, споживачами, продавцями та ін.).

Підсистемами системи контролю якості продукції, що забезпечують її якість, є підсистеми наступних видів забезпечення: методологічного; матеріально-технічного; технологічного; кадрового; інформаційного; метрологічного; математичного; правового; фінансового; організаційного.

Ефективність системи контролю якості продукції визначається ефективністю функціонування підсистем, що забезпечують правильне і своєчасне рішення завдань контролю якості на різних рівнях і стадіях життєвого циклу продукції.

Ефективна система контролю якості продукції дозволяє, у більшості випадків, здійснювати своєчасну і цілеспрямовану дію на рівень якості продукції, що випускається, попереджати всілякі недоліки і збої в роботі, забезпечувати їх оперативне виявлення і ліквідацію з найменшими витратами ресурсів.

Лекція №14

ОРГАНІЗАЦІЯ КОНТРОЛЮ ЯКОСТІ БІОТЕХНОЛОГІЧНОЇ ПРОДУКЦІЇ НА ПІДПРИЄМСТВІ

Питання:

1. Завдання, функції і шляхи вдосконалення діяльності служб контролю якості підприємств
2. Функціональний склад служб контролю якості на підприємствах
3. Основні недоліки в роботі служб контролю якості підприємств. Вдосконалення діяльності служб контролю якості підприємств

1. Завдання, функції і шляхи вдосконалення діяльності служб контролю якості підприємств

На підприємствах технічний контроль якості продукції здійснює служба технічного контролю – спеціальний структурний підрозділ (відділ, сектор, лабораторія, бюро і так далі).

Головними завданнями служби технічного контролю є запобігання випуску (постачання) підприємством продукції, що не відповідає вимогам стандартів і технічних умов, затвердженим зразкам (еталонам), проектно-конструкторської і технологічної документації, умовам постачання і договорів, або некомплектної продукції, а також підвищення відповідальності усіх ланок виробництва за якість продукції, що випускається.

Нині на багатьох підприємствах склалася наступна ієрархія контролюючих служб і їх підрозділів. Відділ або управління технічного контролю підприємства (рівень управління – підприємство), бюро технічного контролю цеху (на рівні цеху), бригада контролерів ділянки (на рівні ділянки), робочий контролер (на робочому місці).

2. Функціональний склад служб контролю якості на підприємствах

Зважаючи на різноманіття завдань контролю якості продукції і необхідності відповідних перевірок на різних етапах процесу виробництва у складі служб технічного контролю підприємств можна виділити наступні спеціалізовані функціональні підрозділи:

у сфері контролю саме в процесі виробництва:

- вхідного контролю якості продукції, що отримується по кооперації;
- контролю якості продукції (виробів) в цехах і на ділянках;
- ізоляції браку;
- обліку, аналізу і класифікації браку у виробництві;
- інспекційного контролю;
- дослідження надійності продукції, що випускається;
- контролю якості упаковки і зберігання продукції на складах;

у сфері контролю готової продукції:

- приймального контролю готової продукції;

- контролю якості продукції (виробів) в процесі експлуатації споживачем і після закінчення окремих етапів експлуатації;

- аналізу претензій і рекламацій споживачів на продукцію, що випускається;

у сфері контролю використаного устаткування, оснастки, інструменту:

- контролю технічного стану і точності устаткування;

- контролю технологічного оснащення;

- контролю якості інструменту власного виготовлення;

у сфері контролю використаної вимірювальної і випробувальної апаратури:

- вимірювальної техніки;

- лінійних і кутових вимірів;

- особливо точних вимірів;

- дефектоскопії;

- ремонту контрольно-випробувального устаткування, вимірювальних приладів і оснащення;

у сфері вдосконалення методів і засобів контролю:

- впровадження нових засобів і методів технічного контролю;

- розробки, впровадження і контролю функціонування системи управління якістю продукції на підприємстві;

- технічного і технологічного забезпечення процесів контролю якості.

Структура служб контролю якості багатьох підприємств не містить нині перелічений вище набір необхідних підрозділів, що, природно, відбивається на самій якості роботи підприємства.

3. Основні недоліки в роботі служб контролю якості підприємств. Вдосконалення діяльності служб контролю якості підприємств

За роки роботи служб контролю підприємств накопичений певний досвід.

Відзначаються певні характерні недоліки, такі як:

- слабка технічна озброєність і недосконалість метрологічного забезпечення;

- недосконалість методик вимірів, дублювання і паралелізм в роботі за оцінкою якості;

- невідповідність по кваліфікації розряду контролерів розряду виконуваних контрольних робіт;

- низький загальноосвітній рівень працівників служби технічного контролю;

- низька пропускна спроможність контрольних служб із-за недостатньої чисельності персоналу й інших причин, що призводить до невиконання окремих робіт з контролю якості, появи безконтрольних ділянок виробництва;

- відносно низька заробітна плата і непродуманість систем преміювання персоналу контрольних служб.

Особливо слід зазначити недостовірність результатів контролю, низьку вимогливість і суб'єктивізм в оцінці якості продукції. Усе це призводить до

послаблення роботи з виявлення браку, збільшення кількості рекламаций на продукцію, що випускається.

Багато недоліків в роботі служб контролю якості продукції підприємств пов'язано з невиконанням (чи неналежним виконанням) окремих видів робіт, а також з неправильним розподілом обов'язків з технічного контролю між різними підрозділами відповідних служб і, природно, з відсутністю багатьох важливих підрозділів у складі служб контролю якості підприємств.

Вдосконалення діяльності служб контролю якості підприємств повинне передбачати створення, розвиток і зміцнення тих підрозділів цієї служби, які можуть ефективно вирішувати наступні завдання:

- розробку і впровадження прогресивних методів і засобів технічного контролю, сприяючих росту продуктивності праці, підвищенню об'єктивності перевірок;

- підготовку необхідної інформації для нормування трудомісткості контрольних операцій (що дозволить оптимізувати кількість контролерів), об'єктивного обліку і комплексної диференційованої оцінки якості праці різноманітних категорій персоналу контрольної служби;

- проведення робіт з впровадження самоконтролю основних виробничих робітників (сюди входить і формування списку технологічних операцій, що передаються на самоконтроль, і оснащення робочих місць необхідними контрольними вимірювальними і випробувальними приладами, інструментами, документацією і спеціальне навчання робітників та інше);

- проведення досліджень динаміки якості продукції як в процесі виробництва, так і в процесі експлуатації, що припускають збір даних як в процесі виробництва, так і ефективний інформаційний взаємозв'язок між постачальниками і споживачами з питань якості продукції;

- координацію роботи усіх структурних підрозділів служби технічного контролю якості підприємства.

Особливо слід виділити розробку і реалізацію заходів з профілактики браку у виробництві, а також визначення величини і динаміки витрат на контроль якості продукції, оцінку ефективності роботи контрольних служб.

СПИСОК ДЖЕРЕЛ ЛІТЕРАТУРИ

1. Академічне письмо : навч. посіб. / уклад. С. К. Ревуцька, В. М. Зінченко. Кривий Ріг : ДонНУЕТ, 2019. 130 с.
2. Афанасьєва К. С. Фізичні методи в молекулярній генетиці : навч. посіб. Київ : Видавничо-поліграфічний центр «Київський університет», 2016. 127 с.
3. Гребенюк Т. В. Академічна доброчесність : навч. посіб. Запоріжжя : ЗДМФУ, 2021. 108 с.
4. Кодекс академічної доброчесності у Миколаївському національному аграрному університеті : від 27.11.2018 р. URL: <https://www.mnau.edu.ua/files/dostup/educational-process/260.pdf>.
5. Колоїз Ж. В. Основи академічного письма : практикум. Кривий Ріг : ФОП Маринченко С. В., 2019. 178 с.
6. Контроль якості та безпеки продукції галузі : курс лекцій / уклад. Н. В. Попова, Т. Г. Мисюра. Київ : НУХТ, 2012. 176 с.
7. Методи досліджень в біотехнології : конспект лекцій / уклад. О. С. Волошина, М. М. Антонюк. Київ : НУХТ, 2012. 157 с.
8. Методи контролю біотехнологічних, фармацевтичних і харчових виробництв : конспект лекцій / уклад. О. С. Волошина. Київ : НУХТ, 2015. 206 с.
9. Методи контролю біотехнологічних, фармацевтичних і харчових виробництв : лаб. практикум / уклад. О. С. Волошина. Київ : НУХТ, 2014. 89 с.
10. Про освіту : Закон України від 05.09.2017 р. № 2145-VIII ; станом на 2 липн. 2023 р. URL: <https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/2145-19#Text>.
11. Семенов О., Вовк М. Академічна культура дослідника в освітньо-культурному просторі університету : монографія. Суми : СумДПУ імені А. С. Макаренка, 2016. 284 с.
12. Серебрянська І. «Основи академічного письма» в закладах вищої освіти: міждисциплінарне спрямування. *Освітологічний дискурс*. 2021. Т. 32, № 1. С. 87–100. URL: <https://doi.org/10.28925/2312-5829.2021.1.6>.
13. Ушакова Г. О., Тихомиров А. О., Недзвецкий В. С. Вивчення методів наукових досліджень у фізіології, біохімії та мікробіології : навч. посіб. Дніпропетровськ : ДНУ, 2010. 68 с.
14. Фенцик О. М. Формування академічної культури студентів у процесі здійснення дослідницької діяльності. *Інноваційна педагогіка. Науковий журнал*. 2020. Вип. 28. С. 241–244. URL: <https://doi.org/10.32843/2663-6085/2020/28.46>.

15. Шліхта Н., Шліхта І. Основи академічного письма : метод. реком. та програма курсу. Київ, 2016. 61 с.

Навчальне видання

Методи біотехнологічних досліджень

Частина 2

курс лекцій

Укладач

Баркаръ Євген Володимирович

Відповідальний за випуск: С. І. Луговий

Технічний редактор: С. В. Баркаръ

Формат 60x84 1/16. Ум. друк. арк. 3,0.

Тираж 25 прим. Зам. № ____

Надруковано у видавничому відділі
Миколаївського національного аграрного університету
54020, м. Миколаїв, вул. Георгія Гонгадзе, 9

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4490 від 20.02.2013 р.